

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

DIPLOMSKI RAD

Ana Vancaš

Zagreb, 2008.

Sveučilište u Zagrebu
Fakultet strojarstva i brodogradnje

DIPLOMSKI RAD

Voditelj rada:
Prof. dr. sc. Đurđica Španiček

Ana Vancaš

Zagreb, 2008.

Izjava

Izjavljujem da sam sve dijelove ovog rada napravila samostalno, uz iznimku određivanja mehaničkih svojstava polimernog kompozita, pri čemu su mi u vidu rukovanja ispitnim uređajima pomagali djelatnici Laboratorija za nemetale Fakulteta strojarstva i brodogradnje u Zagrebu, Vesna Torjanac i Božidar Bušetinčan. Za literaturnu pomoć i usmjeravanje tijekom izrade rada zaslužna je profesorica Đurđica Španiček.

Sadržaj

Sažetak.....	5
I. Međupovršine i međuslojevi u vlaknima ojačanim polimernim kompozitima.....	6
1.Uvod.....	7
2.Međuslojevi i međupovršine.....	8
3.Adhezija, temodinamika međusloja i postupci modifikacije površine.....	11
4.Utjecaj međusloja na mehanička svojstva kompozita.....	14
5.Utjecaj šupljina na međuslojnu čvrstoću i ostala svojstva vlaknima ojačanih polimernih kompozita.....	16
II. Eksperimentalni dio.....	19
1.Izrada kompozitnog materijala.....	20
2.Određivanje mehaničkih svojstava kompozita u polaznom stanju.....	21
2.1.Određivanje žilavosti.....	21
2.2.Određivanje međuslojne čvrstoće.....	22
2.3.Određivanje tvrdoće.....	23
2.4.Određivanje sadržaja šupljina u kompozitnom materijalu.....	26
3.Određivanje udjela apsorbirane vode u polimerni kompozit.....	31
4.Određivanje mehaničkih svojstava kompozita nakon djelovanja medija.....	35
4.1.Određivanje žilavosti.....	35
4.2.Određivanje međuslojne čvrstoće.....	35
4.3.Određivanje tvrdoće.....	36
4.4.Određivanje sadržaja šupljina u kompozitnom materijalu.....	38
5.Usporedba mehaničkih svojstava kompozita i smole prije i nakon izlaganja djelovanju vode.....	43
6.Zaključak.....	45
Popis slika.....	46
Popis tablica.....	47
Literatura.....	48

Sažetak

Izloženost djelovanju vode negativno utječe na mehanička svojstva polimernih kompozita. Jačina povezanosti matrice i vlakna izravno utječe na količinu apsorbirane vode i posljedično, pad vrijednosti mehaničkih svojstava. U ovom radu provedena su ispitivanja s ciljem utvrđivanja djelovanja vode kao najčešćeg medija na polimerne kompozite. Izrađen je kompozitni materijal nezasićena poliesterska smola/staklena vlakna za koji su radi usporedbe određivana svojstva žilavosti, međuslojne čvrstoće i tvrdoće, prije i nakon izloženosti djelovanju destilirane vode tijekom 28 dana, pri 80 ° C. Također je određivana i upojnost, te sadržaj šupljina u kompozitu prije i nakon djelovanja vode. Tvrdoća i upojnost su radi usporedbe promjena određivane i za čistu poliestersku smolu.

Ključne riječi:

Međusloj i međupovršina, apsorpcija vode, polimerni kompoziti, međuslojna čvrstoća, žilavost, tvrdoća, šupljine.

I. Međupovršine i međuslojevi u vlaknima ojačanim polimernim kompozitima

1. Uvod

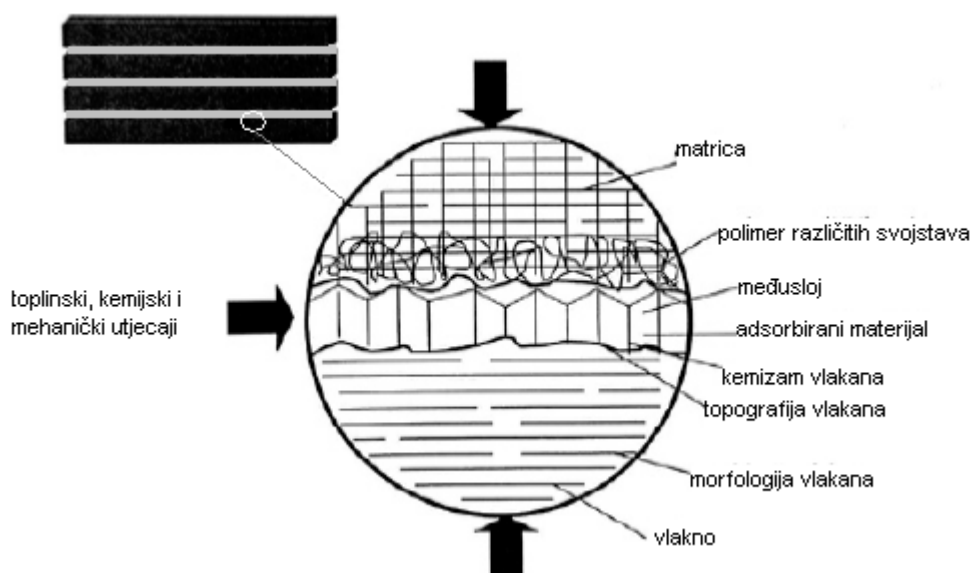
Kompozitni materijali jesu materijali sastavljeni od najmanje dva bitno različita materijala koji zajedničkim djelovanjem daju kompozitu takva svojstva kakva nije moguće postići zasebnim djelovanjem njegovih pojedinih komponenti. Jedan od tih materijala, tzv. ojačalo, posjeduje superiorna mehanička svojstva, ali je sam za sebe nezgodan za uporabu (čestice, vlakna, itd.) pa zato zahtijeva medij u kojem bi bio raspršen i koji bi omogućio prijenos vanjskog opterećenja na vlakna. Taj medij zove se matrica. Ovisno o matrici, kompoziti se dijele na metalne, keramičke i polimerne. S obzirom na ojačalo dijele se na kompozite s česticama, kompozite s vlaknima i slojevite kompozite. Rezultirajući kompozitni materijal posjeduje svojstva bliska svojstvima ojačala, ali se sada može lako preraditi kako bi se dobili konstrukcijski dijelovi. U sklopu ovog rada razmatrani su samo vlaknima ojačani polimerni kompoziti.

Budući da se polimerni kompoziti primjenjuju u brodogradnji, zrakoplovstvu i građevinarstvu, trebaju posjedovati čvrstoću, krutost i žilavost, kao temeljna svojstva za takve primjene, a nezaobilazna su i neka specifična svojstva kao npr. međuslojna čvrstoća, sadržaj šupljina, itd. U usporedbi s drugim konstrukcijskim materijalima odlikuju se slijedećim prednostima: povoljne vrijednosti specifične čvrstoće i specifične krutosti, mala gustoća, dobra kemijska postojanost, dobro prigušivanje vibracija, relativno laka i ne suviše skupa proizvodnja konstrukcijskih dijelova, itd. Naravno, kao i svi drugi materijali imaju i svoje nedostatke, pa su tako neki od njih: nedeformabilnost, potencijalno raslojavanje i mrvljenje, anizotropnost svojstava, itd. U primjeni su najčešće duromerne matrice (poliesterske i epoksidne) koje se kombiniraju sa staklenim, ugljičnim, aramidnim i drugim vlaknima kako bi nastao kompozit. Vrsta, raspodjela i usmjerenost tih vlakana bitno utječu na svojstva kompozita. Također je bitan i utjecaj sposobnosti povezivanja vlakana i matrice, o čemu će riječ biti nešto kasnije.

2. Međuslojevi i međupovršine

Kako bi kompozitni materijal imao najbolja moguća svojstva potrebno je proučiti i optimizirati adheziju između matrice i vlakana. Međudjelovanjem matrice i vlakana stvaraju se između njih veze, pri čemu nastaje međupovršina, no to područje međudjelovanja nije ograničeno samo na jednu ravninu već se širi u obliku prijelaznog područja, tj. međusloja. U tim se područjima lokalna svojstva razlikuju od svojstava same matrice i ojačala, a predstavljaju kritično područje kod vlaknima ojačanih kompozita. Uloga međupovršine je prijenos opterećenja s polimerne osnove na vlakna, pa iako između matrice i vlakna postoje kemijske, mehaničke i elektrostatske veze, prijenos opterećenja preko međupovršine je isključivo mehanički. Pri proučavanju adhezije nije bitna samo kemijska i fizikalna interakcija između matrice i vlakna, nego također i njihova struktura i svojstva u području blizu međupovršine. Iako kvantitativni modeli za optimizaciju međuslojeva nisu dostupni, postoje razni principi vezani uz termodinamiku i znanost o materijalima koji zajedno sa sve većom količinom eksperimentalnih podataka omogućavaju razumijevanje i kvalitativno osmišljavanje međusloja. Dostupni alati za analizu i dizajn uključuju izbor postupka površinske obrade za strukturnu i kemijsku modifikaciju površine, postupaka završne obrade i prevlačenja vlakana, a sve to u svrhu osiguranja potpunog kvašenja i zaštite vlakana, te kvantitativna i kvalitativna karakterizacijska ispitivanja za mjerenje veličine adhezije matrice i vlakana, koja treba biti kompatibilna sa strukturom sastavnih materijala. Optimizirana međupovršina je nužna za postizanje maksimalnih statičkih i dinamičkih mehaničkih svojstava, kao i otpornosti na utjecaje okoliša kompozita. Dok god je međupovršina neoštećena ponašanje kompozitnog materijala može se opisati modelima koji podrazumijevaju idealnu adheziju između matrice i vlakana i smatraju međupovršinu dvodimenzionalnom granicom.

Istraživanja nakon 1990. proširila su koncept međupovršine matrice i vlakana kao dvodimenzionalne granice u međusloj koji se proteže u tri dimenzije. Shematski prikaz međusloja prikazuje slika 1.



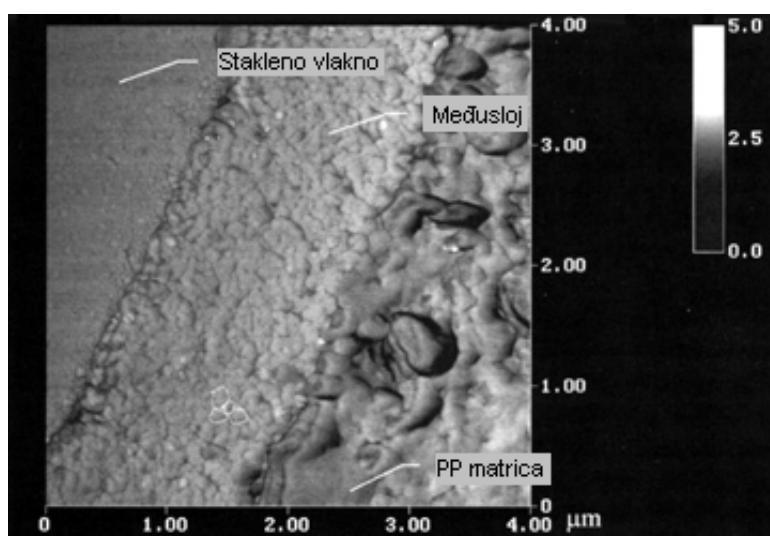
Slika 1. Shematski prikaz međusloja u vlaknima ojačanom polimernom kompozitu [1]

Prema definiciji, međusloj se proteže od neke točke na vlaknu u kojoj se lokalna svojstva počinju razlikovati od svojstava početnog vlakna, preko prave međupovršine vlakna i matrice,

a zatim u matricu, sve do područja u kojem se lokalna svojstva ponovo izjednačavaju sa početnim svojstvima. Međusloj okružuje cijelo vlakno. Unutar tog područja mogu se identificirati različite pojave. Npr. vlakno može imati morfološke varijacije blizu svoje površine, koje nisu prisutne u preostalom dijelu vlakna. Površinsko područje vlakna može biti puno veće nego što je njegova geometrijska vrijednost, čemu su razlog pore, jamice i pukotine prisutne na površini. Atomi i molekuli sastav površine vlakna može biti bitno drukčiji nego u ostatku vlakna. Površinska obrada može dodati kemijske skupine ili ukloniti originalnu površinu, što dovodi do kemijski i strukturno različitog područja. Izloženost zraku prije izrade kompozita može rezultirati adsorpcijom atoma i molekula koji mogu promijeniti ili ukloniti povoljnu površinsku reaktivnost. Ovi adsorbirani materijali se mogu također i desorbirati pri povišenim temperaturama prilikom proizvodnje kompozita i postati izvor hlapljivih spojeva koji mogu predstavljati uzroke nastajanja šupljina koje, ukoliko se ne uklone, prekidaju međusloj. Termodinamička površinska energija vlakana rezultat je ovih faktora. Potrebno stanje za prihvatljivu interakciju između ojačala i matrice određeno je njihovom slobodnom površinskom energijom, tj. površinska energija ojačala mora biti veća od površinske energije matrice.

Jednom kada površina vlakna i matrica stupe u kontakt, na međupovršini se formiraju kemijske i fizikalne veze. Površinske kemijske skupine vlakna mogu reagirati s onima u matrici, tvoreći pritom kemijske veze. Ovisno o sustavu mogu također nastati i Van der Waalove privlačne sile, vodikova i elektrostatska veza. Broj i vrsta pojedinih veza izrazito utječe na interakciju (adheziju) između vlakna i matrice. Blizina površine vlakna može također utjecati i na strukturu i svojstva matrice u međusloju. Prisutnost ojačala i njegove fizikalne i kemijske prirode može promijeniti lokalnu morfologiju matrice u području međusloja. Neprореagirane komponente matrice i nečistoće mogu difundirati u međuslojno područje, mijenjajući pritom lokalnu strukturu i uplićući se u uski kontakt između matrice i vlakna, a mogu i uzrokovati stvaranje materijala s neodgovarajućim mehaničkim svojstvima.

Svaki od ovih fenomena može biti više ili manje značajan i može se simultano pojavljivati u međuslojnom području. Ovisno o sustavu materijala, međusloj može biti sastavljen samo od nekih ili od svih komponenti, a debljina mu se može kretati od nekoliko do nekoliko tisuća nanometara. Primjer jednog međusloja prikazan je na slici 2.



Slika 2. Mikroskopski prikaz međusloja u polimernom kompozitu (polipropilenska matrica i stakleno vlakno) [8]

Nadalje, svaki međusloj se formira tijekom izrade kompozita i zato ponekad nema ravnotežnu strukturu, što je rezultat ograničenja pojedinih postupaka. Struktura tog područja vrlo jako utječe na radna svojstva kompozita, tj. na mehaničku čvrstoću, te kemijsku i toplinsku postojanost. Ako se žele razviti modeli ponašanja međusloja, kao dio modela ponašanja cjelokupnog kompozita, moraju biti poznati točan sastav i svojstva međusloja.

Temeljito kvašenje vlakana matricom jedan je od načina postizanja dobrih svojstava kompozita, a sam taj proces ograničen je termodinamikom međusloja, o kojoj će biti riječ u idućem poglavlju. Nužni preduvjet za formiranje bilo kojeg kompozitnog materijala je kvašenje vlakana matricom. Vrlo često mikroskopska ispitivanja površina lomova kompozitnih materijala pokazuju gole površine ojačala, a prisutnost šupljina može se smatrati indikacijom da nije bilo dobrog kvašenja. Nastanak adhezije tijekom proizvodnje kompozita je dinamičan događaj koji ujedinjuje površinsku kemiju vlakana, slobodnu energiju površine matrice i termodinamičko kvašenje vlakana, a na njega mogu utjecati uvjeti proizvodnje. Termodinamika omogućava dobar okvir za proučavanje površine vlakna i matrice i kvantifikaciju interakcija koje mogu nastupiti kada se oni dovedu u kontakt.

3. Adhezija, termodinamika međusloja i postupci modifikacije površine

Za kapljevine koje imaju male molekule i kojima su vremenske konstante za preustroj molekula kratke, dostupne su ravnotežne termodinamičke relacije koje opisuju interakcije između čvrste površine i kapljevite faze, a mogu se koristiti za razumijevanje i predviđanje interakcije polimerne matrice s ojačalom, tj. vlaknima. Na atom ili molekulu na površini kapljevine ili krutine djeluje resultantna sila koja ga povlači prema unutrašnjosti faze. Pojavnost te sile često se naziva i površinska napetost (površinska energija). U kapljevinama u kojima se preustroj molekula odvija u vremenskom području mikrosekunde, površinska napetost može se opaziti kao stvaranje "kože" na kapljevini. Kapljevine vrlo polarne prirode, kao što je npr. voda, pokazuju velike vrijednosti površinske napetosti. Čvrste tvari također posjeduju slobodnu površinsku energiju, ali budući da se atomi na površini ne mogu spontano preustrojiti, kao što je slučaj kod kapljevina, njihova površina djeluje kao da nije pod utjecajem ikakvih smetnji.

Kad se kapljevina površinske napetosti γ_{LV} stavi na čvrstu površinu površinske napetosti γ_{SV} , kapljevina će spontano formirati kapljicu ili će se raspršiti u film. Ako je formirana kapljica (slika 3), može se izvesti veza između površinskih napetosti čvrste i kapljevite površine, pod pretpostavkom da su površinske napetosti vektori koji djeluju na rubu kapljice. Jednadžba ravnoteže glasi:

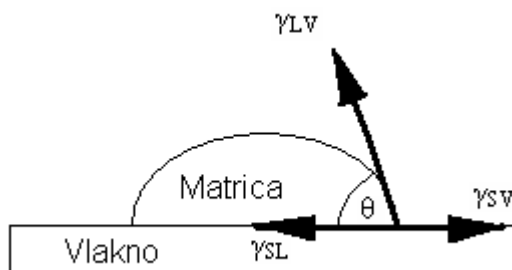
$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta ,$$

a pritom je: γ_{SL} – površinska napetost čvrsto-kapljevite međupovršine,

γ_{SV} – površinska napetost čvrste faze,

γ_{LV} – površinska napetost kapljevite faze,

θ – kut između površine kapljice i čvrste površine (kontaktni kut).



Slika 3. Shematski prikaz kontaktnog kuta i komponenti površinske napetosti [1]

Kut θ se mjeri pomoću optičkih i gravimetrijskih metoda. Kapljevine kojima je taj kontaktni kut veći od 90° zovu se "neovlažujuće", a one kojima je kut manji od 90° "ovlažujuće". Ako kapljevina ne tvori kapljicu, tj kontaktni kut je 0° , ravnoteža se izražava slijedećom nejednadžbom:

$$\gamma_{SV} - \gamma_{SL} \geq \gamma_{LV} .$$

Kako kapljevina teče, tako se smanjuje međupovršina čvrste tvari i pare. Za sve slučajeve kvašenja i raspršivanja površinska napetost kapljevine mora biti manja od površinske napetosti čvrste tvari.

Duž cijele granične površine potrebna je dobra adhezija za prijenos što većeg opterećenja s matrice na vlakna. Adhezija u vlaknima ojačanim kompozitima može se prema literaturi [2] podijeliti u tri komponente:

- a) kemijska adhezija, koja nastaje zbog kemijskih veza između površine vlakna i matrice, a nastaje izravnim reakcijama između vlakana i matrice ili uporabom sredstava za povezivanje,
- b) fizikalna adhezija, koja nastaje zbog smanjenja slobodne energije sustava pri spajanju dviju površina različite površinske napetosti; adhezijski rad potreban za stvaranje čvrsto-tekuće međupovršine može se izraziti kao:

$$W_a = \gamma_{LV} + \gamma_{SV} - \gamma_{SL}.$$

U slučaju da kapljevina tvori kapljicu taj se rad izražava kao:

$$W_a = \gamma_{LV} (1 + \cos\theta).$$

Prema tom izrazu, maksimalni iznos adhezijskog rada postiže se kad je kontaktni kut jednak nuli, a tada je taj rad dvostruko veći od površinske napetosti kapljevine,

- c) mehanička adhezija, koja nastaje zbog hrapavosti površine vlakana; što je veća površinska hrapavost vlakna, veća je i njegova sposobnost da bude okvašeno.

Pravi kompozitni sustavi su veliki sklopovi vlakana malog promjera. Ključ nastanka dobrih svojstava kompozita je infiltracija matrice u te sklopove vlakana tijekom proizvodnih koraka. Mali međuprostori u tim sklopovima mogu stvoriti velike kapilarne sile koje pomažu u procesu kvašenja. Kontaktni kut kontrolira kapilarne sile jer pri $\theta = 90^\circ$ kapilarna sila nestaje, a pri $\theta > 90^\circ$ infiltracija je spriječena.

Pri odlučivanju o adheziji između matrice i vlakana i njenoj modifikaciji za izradu konstrukcijskih dijelova od kompozita nužno je na početku razmotriti naprezanja koja će utjecati na konstrukcijski element tijekom rada, a također mora biti specificirano toplinsko i kemijsko okruženje. To određuje vlakna i matricu koja će se primijeniti jer se ovisno o njima mijenja i međusloj.

Termodinamičke analize kvašenja su točne za ravnotežne uvjete. Taljevine plastomera ili mješavine duromera su visoko viskozne kapljevine koje tijekom proizvodnje kompozita možda nikad ne dosegnu pravu termodinamičku ravnotežu. No ipak za uspješnu povezanost površinska napetost vlakana mora biti veća od površinske napetosti matrice. Većina polimera ima niske vrijednosti površinske napetosti ($20\text{--}45 \text{ mJ/m}^2$), koja bilježi lagani pad pri povišenju temperature. Što se tiče čvrstih površina, one koje su bile izložene okolišu nastoje minimizirati svoju slobodnu površinsku energiju i stoga dolazi do adsorpcije materijala ili stvaranja oksida. U nekim slučajevima takva površina može imati slobodnu površinsku energiju manju nego onu polimerne matrice. Ona se može povećati kemijskom obradom površine vlakna, završnom obradom i/ili prevlačenjem vlakana, kako bi se minimizirao kontaktni kut između matrice i vlakana, a također i za maksimalno iskorištenje pomoći kapilarnih sila tijekom proizvodnje kompozita, a sve to u svrhu poboljšanog kvašenja vlakana. Kemijska obrada površine mijenja kemiju površine materijala, prvenstveno u krajnjem sloju, povećava površinsku energiju, te stvara povoljne mikrotopografske posebnosti bez izravnog nanošenja prevlake na površinu. Takvi postupci poželjni su za poboljšanje kvašenja i uskog kontakta između matrice i vlakana, a mogu se primijeniti iz plinovite ili tekuće faze; mogu biti kiselinski ili bazični ili mogu uključivati bombardiranje površine različitim vrstama zračenja.

Završna obrada vlakana provodi se prevlačenjem slojem smole, nakon ili zajedno s kemijskom obradom površine, a štiti površinu ojačala tijekom operacija u proizvodnim postupcima, te također štiti i površine od reakcija s okolinom i kontaminacije, koje imaju za posljedicu snižavanje slobodne površinske energije. Kod kompozita s duromernom matricom vrlo je čest slučaj nanošenje slojeva iste smole od koje je i matrica, ali bez sredstva za umreživanje, a nanose se iz otopine ili emulzije na površinu vlakna. Slojevi su debljine oko 100 nm, a sprečavaju kontakt između jedinica ojačala, što je vrlo bitno jer i najmanji kontakt vlakna s drugom tvrdom površinom može izazvati oštećenja kritične veličine koja smanjuju čvrstoću. Najčešće se koriste za ugljična i polimerna vlakna. S obzirom na to da su takvi slojevi nepolimerizirani, izloženost matrici istog sastava tijekom proizvodnje omogućava otapanje i uklanjanje sloja s površine vlakna. Budući da se slojevi nanose iz otopine, može se javiti problem uslijed zadržavanja otapala i hlapljenja tijekom rane faze proizvodnog ciklusa.

Prevlačenjem vlakana se na površinu vlakana nanose prevlake kako bi ih zaštitile od oštećenja tijekom proizvodnje, a također i za pomoć u izradi i poboljšanje mehaničkih svojstava kompozita. Kao i slojevi smole, nanose se u debljinama od oko 100 nm, ali se razlikuju u kemijskom sastavu. Najviše se primjenjuju za staklena vlakna. Nanose se iz otopine pri proizvodnji staklenih vlakana, a štite ih od korozije uzrokovane vodom iz okoliša. Uobičajena otopina se sastoji od silana, ali i od drugih sastojaka kao što su sredstva za formiranje filma, antistatici i maziva. Silani su hidrolizirani i reagiraju s hidroksilnim skupinama na površini staklenih vlakana, pri čemu nastaje vrlo stabilna veza. Sastojci, koji ostaju u sustavu, štite površinu stakla od mehaničkih oštećenja i pomažu kvašenje vlakana matricom. Kao dodatci silanima koriste se također i titanati i cirkonati, a za prevlačenje se mogu primijeniti i polimeri, kao što su npr. škrob i derivati škroba, vinilni i fenoksilni polimeri, itd. Razlog primjene polimera je njihova dobra sposobnost formiranja filma. Prevlačka treba biti kemijski kompatibilna s matricom i na smije nepovoljno utjecati na mehanička svojstva međusloja. Ako se ovi zahtjevi ne mogu ispuniti, potrebno ju je ukloniti ispiranjem ili zagrijavanjem prije prerade ojačala u krajnji oblik kompozita.

Kod svih postupaka modificiranja površine vlakana mora se obratiti pažnja na postignutu razinu adhezije. Radno okruženje kompozita presudno je za određivanje potrebne razine adhezije i poželjnog mehanizma loma. Međusloj neke konačne veličine utječe na mehaničku učinkovitost kompozita. Struktura međusloja je odgovorna za razinu adhezije koja osigurava kontinuitet u prijenosu sila s matrice na vlakna, te omogućava da kompozit funkcionira kao jedna mehanička cjelina. Međusloj također predstavlja i mjesto loma prilikom popuštanja vlakna.

Postignuta adhezija, te učinak modifikacije površine na svojstva kompozita mogu se izmjeriti pomoću nekoliko dostupnih tehnika. One se mogu klasificirati u tri kategorije: direktne metode, indirektne metode i laminatne metode. Direktne metode, osim što omogućuju mjerenje adhezije između matrice i vlakana, omogućuju također i informacije o obliku loma, te mjerenje energije uključene u lom međupovršine. Prva direktna tehnika bila je metoda izvlačenja vlakna u kojoj se vlakno izvlači iz matrice, a opterećenje registrirano prilikom potpunog odvajanja vlakna od matrice pretvara se u smičnu čvrstoću međupovršine. Ostale direktne metode uključuju fragmentaciju vlakna, tlačenje vlakna ugrađenog u matricu i mikroindentacijsku metodu. Indirektne metode omogućuju kvalitativnu procjenu adhezije između vlakna i matrice, a uključuju metodu varijabilnog savijanja, tlačenje pločice kompozita, tlačenje kuglicom, dinamičke mehaničke analize i fotoelektronsku spektroskopiju x zraka. Laminatne metode mjere svojstva kompozita koja su pod utjecajem međupovršine matrice i vlakna, a uključuju vlačno i poprečno savojno ispitivanje pod 90 °, smična i delaminacijska ispitivanja, te ispitivanje loma.

4. Utjecaj međusloja na mehanička svojstva kompozita

Već je spomenuto kako postoji određena povezanost između međusloja, adhezije između matrice i vlakana i mehaničkih svojstava kompozita. Kako bi se ta povezanost ilustrirala preuzet je primjer iz literature [1] koji opisuje tri kompozitna sustava niskotemperaturne epoksidne matrice i jednosmjernih ugljičnih vlakana. Volumni udio ugljičnih vlakana je 67 %, a proizvedena su visokotemperaturnom grafitizacijom poliakrilonitrilnih vlakana u atmosferi inertnog plina. U svakom od tih kompozitnih sustava su vlakna podvrgnuta drugačijem tipu modifikacije površine. AU-4 tip vlakana je izvađen iz peći u kojima se provodila toplinska obrada bez ikakve daljnje površinske obrade. AS-4 vlakna su površinski obrađena postupkom elektrokemijske oksidacije, koji poboljšava adheziju, dok su AS-4C vlakna prevučena slojem epoksidne smole debljine 100 nm, nanesenim iz otopine s organskim otapalom direktno na površinski tretirana AS-4 vlakna. Adhezija sva tri tipa vlakana i epoksidne matrice kvantificirana je putem ispitivanja fragmentacije jednog vlakna. Rezultati upućuju na značajnu promjenu adhezije ovisno o površinskoj obradi. Adhezija se smanjuje slijedećim redoslijedom: AS-4C>AS-4>AU-4. Mehanizam loma AU-4 vlakana, koja imaju najmanju adheziju, ostvaruje se duž vanjskog sloja ugljičnih vlakana, a AS-4 vlakna, koja imaju srednju veličinu adhezije, otkazuju putem rasta pukotine na međupovršini, što ukazuje na to da površinska obrada, osim što dodaje reaktivne kemijske skupine, također i uklanja površinski sloj s inicijalnim defektom, ostavljajući za sobom strukturno neoštećenu površinu sposobnu za podnošenje visokih mehaničkih opterećenja bez pojave loma. Dok su AU-4 i AS-4 vlakna okarakterizirana mehanizmima loma međupovršine, kompoziti s AS-4C vlaknima, koji imaju najvišu postignutu adheziju, pokazuju mehanizam loma matrice okomito na os vlakna. U ovom slučaju se adhezija povećava uslijed interakcije epoksidne prevlake s osnovnim materijalom matrice, što uzrokuje lokalnu promjenu svojstava međusloja. Modul elastičnosti je povećan u odnosu na osnovni materijal matrice, ali materijal također postaje i krhki.

Mjera za kvalitetu međusloja je međuslojna smična čvrstoća, a ovisi o čvrstoći prijanjanja između matrice i vlakna, te o veličini dodirnih površina. U usporedbi s netretiranim AU-4 vlaknima, površinska obrada AS-4 vlakana uzrokuje povećanje međuslojne smične čvrstoće od 100 %. Dodatak epoksidne prevlake (AS-4C vlakna) rezultira dodatnim porastom tog svojstva od 25 %. Svojstva kompozita u smjeru vlakana (uzdužna vlačna, tlačna i savojna svojstva) pod najvećim su utjecajem svojstava samih vlakana, dok na svojstva okomito na smjer vlakana (poprečna vlačna i savojna svojstva, interlaminarna i ravnijska smična svojstva) i na interlaminarnu lomnu žilavost najviše utječu svojstva matrice.

Jačina utjecaja adhezije na svojstva kompozita ovisi o načinu povezanosti matrice i vlakana i o načinu na koji se opterećenje prenosi na kompozit i dalje raspodjeljuje u njemu. U slučaju uzdužnog vlačnog opterećenja većinu opterećenja nose vlakna i po pitanju mehanizma raspodjele opterećenja adhezija između matrice i vlakana ne bi trebala igrati presudnu ulogu u ponašanju kompozita dok god postoji neka razina adhezije. No ako je adhezija vrlo mala, prijenos naprezanja u mjestima pukotina na vlaknima neće biti adekvatan, te će doći do rasta nepravilnosti i smanjenja čvrstoće. Promjena adhezije mogla bi eventualno utjecati na uzdužnu vlačnu čvrstoću. S druge strane, u slučaju poprečnog vlačnog opterećenja matrica, vlakno i međusloj nose podjednako opterećenja i u tom slučaju je adhezija od presudne važnosti za svojstva kompozita. S obzirom na to, ispitivanja triju kompozitnih sustava pokazuju da su vlačni i tlačni moduli elastičnosti u smjeru osi vlakana neosjetljivi na veličinu adhezije. Uloga međupovršine je ovdje samo prijenos naprezanja od visokoopterećenih vlakana do susjednih vlakana, tj. raspodjela naprezanja u kompozitu je jednolična.

Vlačna čvrstoća u smjeru osi vlakana u sustavu s AS-4 vlaknima koji bilježi srednju veličinu adhezije veća je u odnosu na vlačnu čvrstoću sustava s AU-4 vlaknima. Međutim, u slučaju kompozita s najvećom adhezijom (AS-4C vlakna) vlačna čvrstoća ne bilježi porast. Analize

upućuju na porast vlačne čvrstoće s porastom međuslojne smične čvrstoće samo u slučaju mehanizma loma međupovršine. Ako je međuslojna čvrstoća previše mala, zbog kumulativnog slabljenja materijala će doći do preranog popuštanja kompozita, no ako je ona pre velika mehanizam loma prelazi s međupovršinskog na matrični, a kompozit postaje krhak. S porastom adhezije između matrice i vlakana raste i tlačna čvrstoća kompozita u smjeru osi vlakana. Najviši rast tlačne čvrstoće bilježi kompozit s AS-4C vlaknima, što upućuje na to da povećana smična čvrstoća zajedno s prisutnošću visokomodulnog krhkog međusloja oko ugljičnih vlakana doprinosi većoj tlačnoj čvrstoći kompozita. U kompozitima s najnižim vrijednostima adhezije vlakna u delaminiranim područjima se lako odvajaju od matrice, što rezultira globalnim delaminacijskim izvijanjem pod utjecajem ravninskog tlačnog opterećenja. U kompozitima sa srednjim vrijednostima adhezije delaminacija je prisutna samo blizu rubova epruvete, no s porastom opterećenja može doći do lokalnog međupovršinskog loma. U kompozitima s AS-4C vlaknima delaminacija i međupovršinski lom su spriječeni zahvaljujući jakoj adheziji, a vlakna mogu biti tlačno opterećena do maksimalnog kapaciteta. Što se tiče mehaničkih svojstava kompozita okomito na smjer prostiranja vlakana, uočeno je da je poprečna savojna čvrstoća puno veća nego poprečna vlačna čvrstoća, a također i osjetljivija na promjene veličine adhezije. Razlog leži u nejednolikosti naprezanja pri savojnom ispitivanju. Poprečna smična čvrstoća kompozita sa srednje jakom adhezijom veća je u odnosu na čvrstoću kompozita s najslabijom adhezijom, ali zato čvrstoća kompozita s najjačom adhezijom ostaje ista ili lagano pada. To se također objašnjava ranije opisanim drukčijim mehanizmom loma.

Lomna žilavost kompozita smanjuje se slijedećim redoslijedom: AS-4C>AS-4>AU-4. Razlog veće žilavosti kompozita s AS-4C vlaknima u odnosu na kompozit s AS-4 vlaknima je povećana deformacija matrice uslijed veće adhezije matrice i vlakana. Iako su AS-4C vlakna okružena međuslojem niske lomne žilavosti, korist od poboljšane adhezije je veća nego što je gubitak zbog krhkog međusloja. Lomna žilavost smole potpuno se prenosi na kompozit. Dodatno, postoji nekoliko mehanizama očvršnuća koji su prisutni u kompozitnom materijalu. Ako je međuslojna smična čvrstoća veća od čvrstoće matrice, pukotina ima veću tendenciju prolasku kroz slabiju smolu nego kroz čvršća vlakna. No, s obzirom na to da su vlakna izmiješana uslijed visokih tlakova sjedinjenja tijekom proizvodnje i da su udaljenosti između slojeva vrlo male, ne postoji ravnina koja sadržava samo smolu. Iz tog razloga pukotina uvijek mora ići oko vlakana, stvarajući pritom puno veće područje površine loma. Također, neporavnata vlakna koja leže na putu širenju pukotine povećavaju otpornost na propagaciju pukotine.

5. Utjecaj šupljina na međuslojnu čvrstoću i ostala svojstva vlaknima ojačanih polimernih kompozita

U procesu nastajanja svakog kompozita dolazi do stvaranja šupljina, koje negativno utječu na mehanička svojstva, tj. međuslojnu čvrstoću, uzdužnu i poprečnu čvrstoću i module, te otpornost na zamor. Od svih ovih svojstava ipak najviše utječu na međuslojnu čvrstoću. Porast udjela šupljina ima negativan utjecaj na međuslojnu čvrstoću jer se u njima, zbog nedostatka veze matrica-vlakno, ne prenose naprezanja. Zato ponašanje vlaknima ojačanih kompozita tijekom uporabe izravno ovisi o učestalosti pojave mikropukotina i šupljina u međusloju. Postoje dva bitna uzroka za nastajanje šupljina. Jedan od njih su mjehurići zraka koji u početnoj fazi izrade kompozita ostaju zarobljeni u materijalu (uključine zraka nastaju zbog slabog kvašenja vlakna polimernom osnovom); drugi razlog je oslobađanje lako hlapivih produkata tijekom očvrstnuća kompozita pri visokim temperaturama. Još jedan mogući razlog nastanka šupljina krije se u vlačnim i tlačnim naprezanjima u kompozitu koja mogu nastati uslijed različitog ponašanja matrice i vlakana tijekom polimerizacije.

Međusloj matrice i vlakna predstavlja kritično mjesto za pojavu mikropukotina i šupljina tijekom izrade kompozita, što na tim mjestima uzrokuje veliku koncentraciju naprezanja, bez obzira na način i vrstu opterećenja. To je pogotovo izraženo pri djelovanju medija, a u sklopu toga najviše pažnje treba pokloniti proučavanju djelovanja vode, s kojom mnogi kompoziti dolaze u kontakt. Ako su šupljine smještene dublje u polimernoj osnovi i ne dodiruju vlakna, njihov utjecaj na svojstva kompozita je manji nego kada su smještene tik uz vlakna; u tom slučaju mogu pod tlačnim opterećenjem prouzročiti lom vlakna. Zbog velike koncentracije naprezanja u međuslojevima uslijed slabe veze matrice i vlakana već pri malim opterećenjima često dolazi do napuklina, te na kraju i loma međusloja. Utjecaj šupljina na mehanička svojstva polimernih kompozita može se dobro opisati pomoću rezultata pokusa opisanog u literaturi [4]. U tom pokusu ručno su izrađena dva laminata sa istom matricom, ali različitim ojačanjem, na slijedeći način:

- matrica: nezasićena poliesterska smola na bazi ortoftalne kiseline tip Colpoly (Color, Medvode, Slovenija), umreživana 28 minuta pri 20 °C sa stirenom uz maseni udjel 1.5 % katalizatora MEK P 50, te kondicionirana 16 sati pri 40 °C
- ojačanje 1: Mat ES 33, 450 gm⁻² (Skloplast, Trnava, Slovačka); maseni udio ojačanja u kompozitu je 34.13 %
- ojačanje 2: Mat ES 33, 450 gm⁻² + Roving 600 gm⁻² (Kelteks d.o.o., Duga Resa); maseni udio ojačanja u kompozitu je 44.72 %

Za oba kompozita određivana su mehanička svojstva: R_{ms} (savojna čvrstoća), E_s (savojni modul elastičnosti) i τ (međuslojna čvrstoća), i to prije i nakon izlaganja djelovanju destilirane vode pri 50 °C, u trajanju od 28 dana. Također im je promatrana struktura pomoću optičkog mikroskopa uz polariziranu svjetlost i određivan udio šupljina prema računskoj metodi, na slijedeći način:

$$V_c = 100 \cdot \left[1 - \frac{\rho_c}{W_c} \left(\frac{w_f}{\rho_f} + \frac{w_c - w_f}{\rho_m} \right) \right], \%$$

Pritom je: w_c – masa kompozita, ρ_c – gustoća kompozita, w_f – masa vlakana, ρ_f – gustoća vlakana i ρ_m – gustoća polimerne matrice.

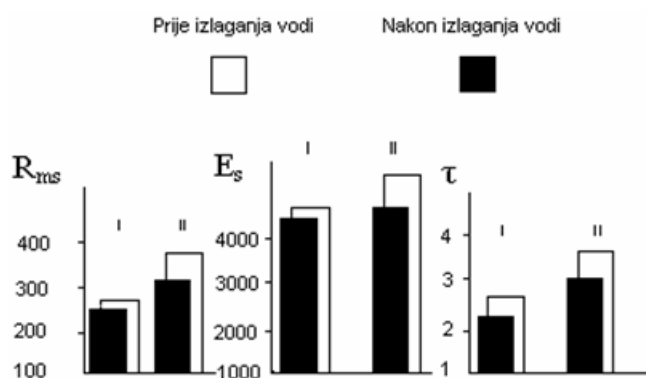
Dobiveni su slijedeći rezultati:

Tablica 1. Udio šupljina (%) za kompozit 1 i 2 [4]

Udio šupljina, %	
Kompozit 1	Kompozit 2
1.92	2.05
1.75	1.85
1.91	1.69
2.18	1.49
1.80	1.52
$V_c = 1.9$	$V_c = 1.72$

Tablica 2. Savojna čvrstoća R_{ms} , modul elastičnosti E_s i međuslojna čvrstoća τ ispitivanih kompozita [4]

Prije izlaganja vodi				Nakon izlaganja vodi (28 dana pri 50 °C)		
Svojstvo	R_{ms} , N/mm ²	E_s , N/mm ²	τ , N/mm ²	R_{ms} , N/mm ²	E_s , N/mm ²	τ , N/mm ²
Kompozit 1	196	3571	18	165	3451	16
Kompozit 2	302	4361	27	240	3583	22



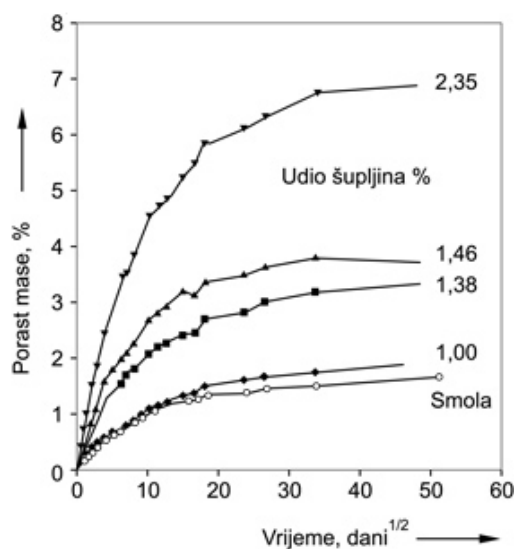
Slika 4. Promjene ispitivanih mehaničkih svojstava za kompozite 1 i 2 [4]

Vidljivo je da prije početka ispitivanja kompozit II ima više vrijednosti mehaničkih svojstava, te da bilježi i njihove veće promjene. Međutim i nakon promjena kompozit II ima bolja svojstva od kompozita I.

Također je mjerena i apsorpcija vode uz pomoć analitičke vage na kojoj su određivane promjene mase. Mehanizam djelovanja vode na polimerne kompozite objašnjava se na nekoliko načina:

1. Apсорpcija vode uz međupovršine matrice i ojačala vodi do smanjenja adhezije,
2. Prisutnost većih ili manjih šupljina,
3. Prisutnost mikropukotina nastalih tijekom proizvodnje kompozita.

Kako apsorpcija vode ovisi o količini šupljina, tako kompozit 1, koji ima veći sadržaj šupljina, apsorbira i više vode. Utjecaj udjela šupljina na apsorpciju vode može se jasno vidjeti na slici 5.



Slika 5. Apsorpcija vode kompozita s različitim sadržajem šupljina [7]

Već je rečeno da šupljine najviše utječu na međuslojnu čvrstoću. No treba spomenuti i da je veći početni udio šupljina razlog daljnjem povećanju njihovog broja pod utjecajem medija, što dovodi do daljnjeg smanjenja međuslojne čvrstoće.

Zaključno se može reći da je dobra priprava kompozita iznimno bitna kako bi se postigao što manji udio šupljina i što homogenija struktura, što se posljedično odražava i na mehaničkim svojstvima. Kvaliteta graničnog sloja igra odlučujuću ulogu u postizanju dobrih svojstava vlaknima ojačanih kompozita. Zato se ona treba poboljšati površinskom obradom vlakana u svrhu povećanja adhezije. S porastom razumijevanja kemije, fizikalnih svojstava i morfologije međusloja može se očekivati razvoj predvidljive povezanosti između međusloja, adhezije matrice i vlakana i mehaničkih svojstava kompozita.

II. Eksperimentalni dio

1. Izrada kompozitnog materijala

U svrhu provođenja ovog zadatka izrađen je kompozitni materijal koji spada u skupinu slojevitih kompozitnih materijala, odnosno laminata, čija je matrica nezasićena poliesterska smola, a ojačalo staklena vlakna (mat+roving). Kompozit je izrađen ručnim postupkom. U tekuću smolu (NORSODYNE S 25413TA) dodano je 0.5 % ubrzavala, koje sadrži 6 % kobalta, i 1 % katalizatora (katalizacijski sustav MEKP 50). Stakleni kalup premazan je s nekoliko slojeva voska za odjeljivanje (NORPOL WAX W-70). Zatim slijedi nanošenje prvog sloja odabrane smole, na koju se onda nanosi i prva tkanina staklenih vlakna, izrezana prema dimenzijama kalupa. Postupak se ponovi još nekoliko puta, s time da je završni (gornji) sloj smola. Ukupno je naslagano četiri sloja staklenih vlakana (tri sloja mat staklenih vlakana i jedan sloj rovinga). Mehanička svojstva odabrane smole u otvrdnutom stanju prikazana su u tablici 3.

Tablica 3. Mehanička svojstva smole u otvrdnutom stanju

Gustoća pri 20°C	1.21 g/cm ³
Rastezna čvrstoća	80 MPa
Konačno istezanje	1.9 %
Savojna čvrstoća	110 MPa
Savojni modul	3900 MPa
Volumno skupljanje	7.5 %

Dobiveni materijal sušio se nekoliko dana. Zatim je iz njega izrezano osam ispitnih tijela namijenjenih za određivanje žilavosti, te još osam za određivanje međuslojne čvrstoće. Također je određivana i tvrdoća ovog kompozita. Dodatno je izrezan i jednak broj navedenih ispitnih tijela namijenjenih izlaganju djelovanju destilirane vode tijekom 28 dana, pri 80 ° C radi određivanja upojnosti. Nakon 28 dana potrebno je i na tim ispitcima odrediti navedena mehanička svojstva. Pored toga, određuje se i prisutni udio šupljina u polimernom kompozitu prije i nakon izlaganja djelovanju medija. Svojstva tvrdoće i upojnosti potrebno je radi usporedbe odrediti i za čistu smolu, tako da je izrađena i pločica od čiste smole, iz koje su izrezana dva ispitna tijela za određivanje tvrdoće i još pet za određivanje upojnosti, na kojima se također određuje tvrdoća nakon isteka vremena izlaganja mediju.

2. Određivanje mehaničkih svojstava kompozita u početnom stanju

2.1 Određivanje žilavosti

Žilavost je sposobnost materijala da se odupre promjeni oblika prilikom udarca, pritiska, vučenja, savijanja i torzije. Najčešće je povezana s otpornošću materijala na udarce (udarna žilavost) ili s otpornošću materijala na širenje pukotine (lomna žilavost), a u sklopu ovog rada određuje se udarna žilavost. To se provodi pomoću Charpy-evog bata prikazanog na slici 6, prema normi HRN EN ISO 179-1. Mjera za žilavost je količina energije, izražena u Joulima (J), koja je potrebna da se epruveta prelomi uslijed udarca, a udarna radnja loma računa se prema izrazu:

$$A = \frac{E}{a * b}, \text{ J/mm}^2$$

E = energija loma, J,

a = debljina epruvete, mm,

b = širina epruvete, mm.



Slika 6. Charpy-ev bat [5]

Težak bat se spušta s početne visine h_0 , pada u luku na određenu visinu na kojoj udara u epruvetu, pri čemu se ona lomi. Bat se time potpuno ne zaustavlja, nego nastavlja kretanju i dolazi na nižu, konačnu visinu. Položaj koji dosegne njihalo nakon pucanja materijala mjera je za energiju koju apsorbira epruveta tijekom loma, a ona se očitava na mjernoj skali. To se provodi za svih osam ispitaka polimernog kompozita predodređenih za određivanje žilavosti. Iako je prema navedenoj normi potrebno provesti ispitivanje na deset ispitnih tijela, u slučaju manjeg rasipanja moguć je i manji broj ispitaka. U sklopu ovog rada žilavost je određivana na samo osam ispitaka, jer u protivnom slučaju zbog ograničene količine dostupnog kompozitnog materijala ne bi ostalo dovoljno materijala za određivanje ostalih mehaničkih svojstava. Iznosi energije loma, udarne radnje loma i veličine poprečnih presjeka epruveti prikazani su u tablici 4.

Tablica 4. Žilavost kompozitnog materijala

Redni broj epruvete	Dimenzija epruvete		Presjek epruvete, mm ²	Energija loma, J	Udarne radnje loma, J/mm ²
	Debljina, mm	Širina, mm			
1	4,3	10,2	43,86	3,90	0,089
2	5,0	10,5	52,5	3,95	0,075
3	4,5	10,3	46,35	3,92	0,085
4	4,7	10,5	49,35	3,93	0,080
5	4,6	10,5	48,30	3,45	0,071
6	5,2	10,1	52,52	3,98	0,076
7	5,2	10,2	53,04	3,95	0,074
8	4,8	10,6	50,88	3,98	0,078
\bar{x}					0,079

Prosječna vrijednost udarne radnje loma za promatrani kompozitni materijal iznosi 0,079 J/mm².

2.2 Određivanje međuslojne čvrstoće (EN ISO 14129)

Međuslojna čvrstoća se određuje pomoću univerzalne kidalice prikazane na slici 7, prema navedenoj normi.



Slika 7. Univerzalna kidalica [5]

Epruvete pravokutnog presjeka se savojno opterećuju do loma pri sobnoj temperaturi, a registrira se maksimalna sila. Razmak između oslonaca određuje se prema debljini epruvete i faktorom množenja određenog normom. U ovom slučaju taj razmak iznosi 25,2 mm. Međuslojna čvrstoća računa se prema izrazu:

$$\tau = \frac{3}{4} * \frac{F_{\max}}{a * b}, \text{ N/mm}^2$$

F_{\max} = maksimalna sila, N,
 a = debljina epruvete, mm,
 b = širina epruvete, mm.

Dobivene vrijednosti prikazane su u tablici 5.

Tablica 5. Vrijednosti međuslojne čvrstoće kompozita

Redni broj epruvete	Dimenzija epruvete		Max. sila, N	Međuslojna čvrstoća, N/mm ²
	Debljina, mm	Širina, mm		
1	5,0	24,8	3100	18,75
2	5,0	25,0	3500	21,00
3	5,5	25,0	3220	17,56
4	4,8	25,0	3340	20,86
5	5,0	24,4	3260	20,04
6	5,2	25,1	3320	19,08
7	5,0	24,4	3400	20,90
8	4,8	25,4	2900	17,84
\bar{x}				19,50

Prosječna vrijednost međuslojne čvrstoće za promatrani kompozit iznosi 19,50 N/mm².

2.3 Određivanje tvrdoće

Tvrdoća čiste smole i kompozitnog materijala određuje se pomoću tvrdomjera s kuglicom (Ø 5 mm) za plastomere i duromere, prikazanog na slici 8.



Slika 8. Tvrdomjer s kuglicom za plastomere i duromere [5]

Kuglica promjera 5 mm utiskuje se u ravnu površinu materijala silom od 358 N. Na mjernoj skali se očitava dubina utiskivanja kuglice u materijal, h , nakon 10, 30 i 60 sekundi, a tvrdoća se računa prema izrazu:

$$H = \frac{F}{D \cdot \pi \cdot h}, \text{ N/mm}^2$$

D = promjer kuglice, mm,

h = dubina prodiranja kuglice u materijal, mm,

F = sila opterećivanja kuglice, N.

Dubine prodiranja prikazane su u tablicama 6 (za čistu smolu) i 7 (za laminat).

Tablica 6. Dubine prodiranja kuglice u čistu smolu nakon 10, 30 i 60 sekundi

Redni broj očitanja	Dubina prodiranja, h , mm		
	10'	30'	60'
1	0,180	0,185	0,195
2	0,170	0,175	0,180
3	0,175	0,185	0,190
4	0,170	0,180	0,190
5	0,170	0,180	0,190
6	0,160	0,170	0,175
7	0,165	0,170	0,175
8	0,165	0,175	0,180
9	0,180	0,185	0,195
10	0,170	0,180	0,185

Tablica 7. Dubine prodiranja kuglice u laminat nakon 10, 30 i 60 sekundi

Redni broj očitanja	Dubina prodiranja, h , mm		
	10'	30'	60'
1	0,210	0,215	0,215
2	0,220	0,225	0,225
3	0,225	0,230	0,235
4	0,180	0,185	0,190
5	0,160	0,165	0,165
6	0,170	0,175	0,175
7	0,195	0,200	0,200
8	0,160	0,165	0,170
9	0,160	0,165	0,170
10	0,155	0,160	0,160

U ovisnosti o dubini prodiranja, tvrdoća materijala pri trajanju opterećenja 10, 30 i 60 sekundi silom od 358 N može se očitati direktno iz tablice za određivanje tvrdoće, koje proizvođač uređaja prilaže uz uređaj. Pritom treba uzeti u obzir deformaciju uređaja pri mjerenju, te je stoga potrebno provesti korekturu. To se radi tako da se prije svakog očitavanja tvrdoće dubina prodiranja umanjuje za 0,02 mm. Vrijednosti korigiranih tvrdoća nakon odgovarajućih trajanja opterećenja prikazane su u tablicama 8 (čista smola) i 9 (laminat).

Tablica 8. Tvrdoća čiste smole nakon trajanja opterećenja od 10, 30 i 60 sekundi silom od 358 N

Redni broj očitanja	Tvrdoća, H , N/mm ²		
	10'	30'	60'
1	143,2	138,8	131,0
2	152,7	147,8	143,2
3	147,8	138,8	134,7
4	152,7	143,2	134,7
5	152,7	143,2	134,7
6	163,6	152,7	147,8
7	158,0	152,7	147,8
8	158,0	147,8	143,2
9	143,2	138,8	131,0
10	152,7	143,2	138,8
\bar{x}	152,46	144,70	138,69

Tablica 9. Tvrdća laminata nakon trajanja opterećenja od 10, 30 i 60 sekundi silom od 358 N

Redni broj očitavanja	Tvrdća, H , N/mm ²		
	10'	30'	60'
1	120,5	117,4	117,4
2	114,5	111,7	111,7
3	111,7	109,0	106,5
4	143,2	138,8	134,7
5	163,6	158,0	158,0
6	152,7	147,8	147,8
7	131,0	127,2	127,2
8	163,6	158,0	152,7
9	163,6	158,0	152,7
10	169,7	163,6	163,6
\bar{x}	143,41	138,95	137,23

2.4. Određivanje sadržaja šupljina u kompozitnom materijalu

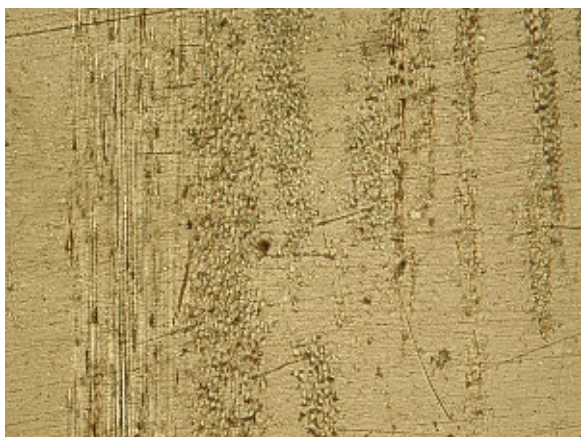
U sklopu ovog rada sadržaj šupljina određivan je metodom analize slike, dobivene pomoću optičkog mikroskopa Olympus BX51-P, uz polarizirano svjetlo. Prije toga potrebno je pripremiti izbrusak za mikroskopiranje. Priprema se provodi na slijedeći način: Smjesa za zalijevanje ispitnog tijela priprema se uz pomoć praška DuroFix-2 i tekućine CitoFix. Prije odlaganja ispitka u čašicu za zalijevanje potrebno ga je odmastiti. Koristi se omjer volumena praška i tekućine 2 : 1. Smjesu se pažljivo miješa jednu minutu, a zatim pusti da odstoji 30 sekundi kako bi se izbjeglo nastajanje mjehurića zraka. Smjesa se pažljivo prelije preko ispitka i ostavi da smola otvrdne. Vrijeme otvrdnuća je oko 10 minuta, a maksimalna temperatura tijekom otvrdnuća 85 – 100 ° C. Ispitak je prije mikroskopiranja potrebno pažljivo izbrusiti. Podatci o tom postupku preuzeti su s Internet stranice www.struers.com, specijalno za nezasićenu poliestersku smolu. Brušenje je provedeno na uređaju za poliranje LaboPol, prema podacima u tablici 10.

Tablica 10. Preporučeno brušenje za ispitno tijelo od nezasićene poliesterske smole [6]

Brušenje broj	1	2	3
Brusna površina	SiC-papir #500	SiC-papir #1200	SiC-papir #2400
Lubrikant	Voda	Voda	Voda
Brzina [o/min]	300	300	300
Sila [N]	120	120	120
Vrijeme [min]	1	1	1

Nakon strojnog brušenja, ispitak se uz pomoć dvostruke ljepljive trake pričvrsti na posebni držač i dalje se brusi ručno, sve dok ne dosegne debljinu od svega nekoliko mikrometara. Takav izbrusak može se promatrati pod optičkim mikroskopom, uz polariziranu svjetlost.

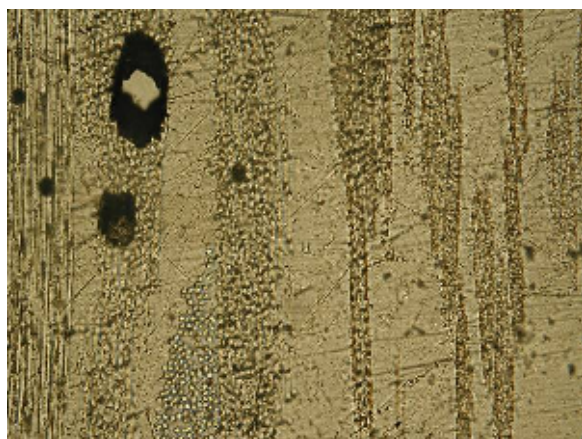
U svrhu određivanja sadržaja šupljina pomoću optičkog mikroskopa potrebno je napraviti nekoliko snimaka mikrostrukture izbruska. Pritom je bitno voditi računa o tome da snimke budu uzete sa tako razmještenih položaja, koji će dobro reprezentirati cjelokupno ispitno tijelo. U sklopu postupka napravljene su slijedeće snimke mikrostrukture, uz povećanje od 100 puta:



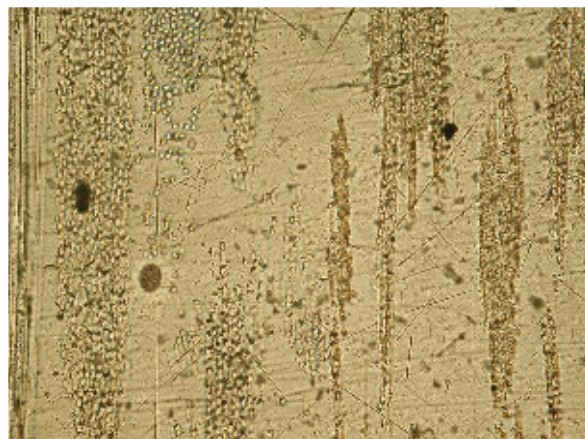
Slika 9. Mikrostruktura laminata,
snimak 1



Slika 10. Mikrostruktura laminata,
snimak 2



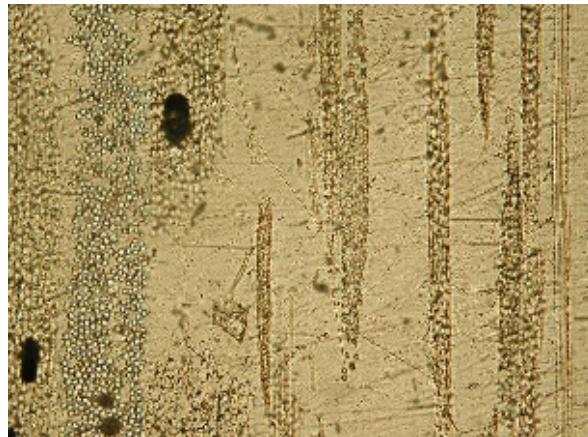
Slika 11. Mikrostruktura laminata,
snimak 3



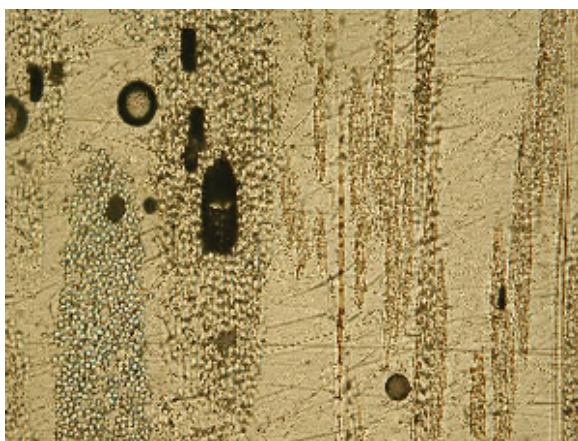
Slika 12. Mikrostruktura laminata,
snimak 4



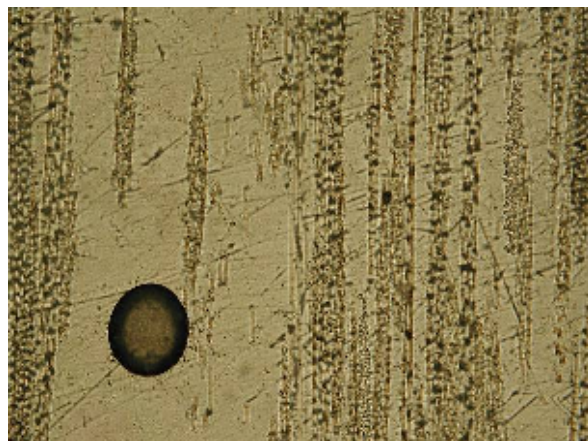
Slika 13. Mikrostruktura laminata,
snimak 5



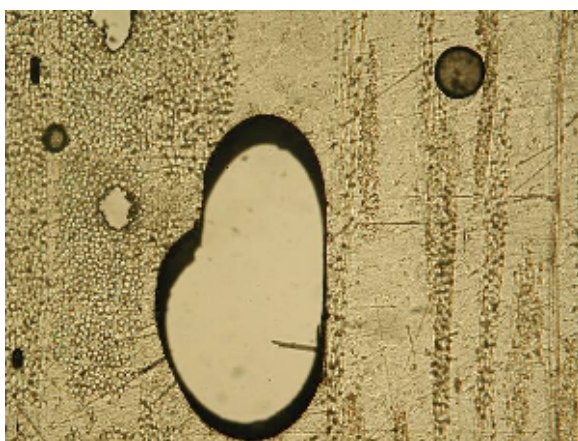
Slika 14. Mikrostruktura laminata,
snimak 6



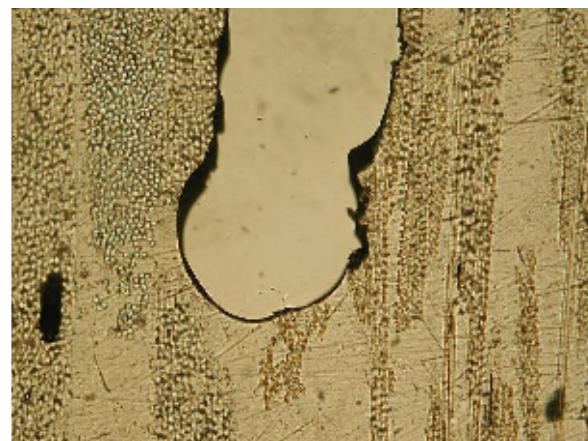
Slika 15. Mikrostruktura laminata,
snimak 7



Slika 16. Mikrostruktura laminata,
snimak 8



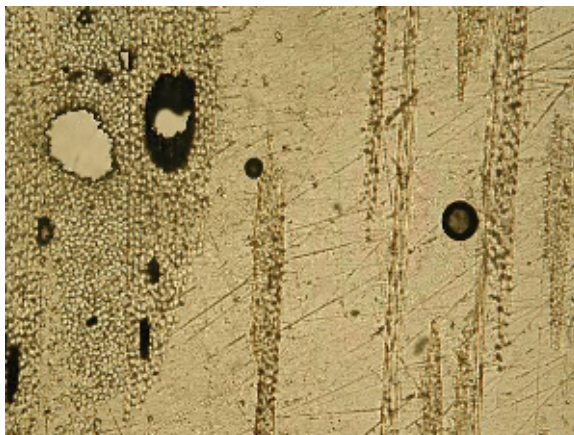
Slika 17. Mikrostruktura laminata,
snimak 9



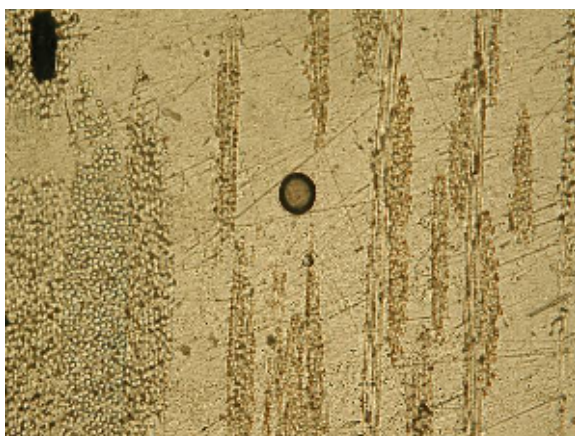
Slika 18. Mikrostruktura laminata,
snimak 10



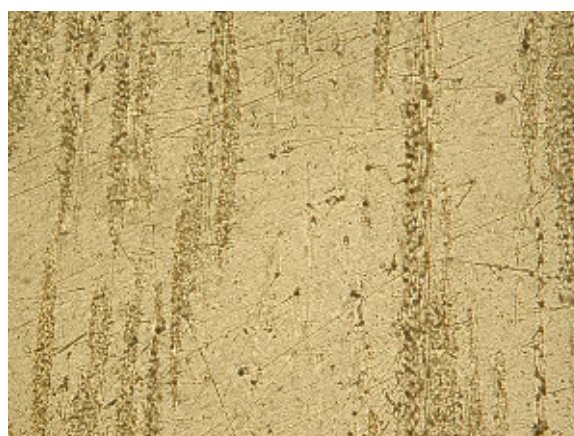
Slika 19. Mikrostruktura laminata,
snimak 11



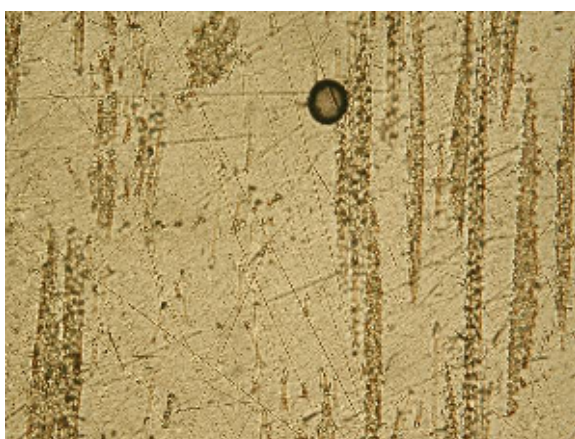
Slika 20. Mikrostruktura laminata,
snimak 12



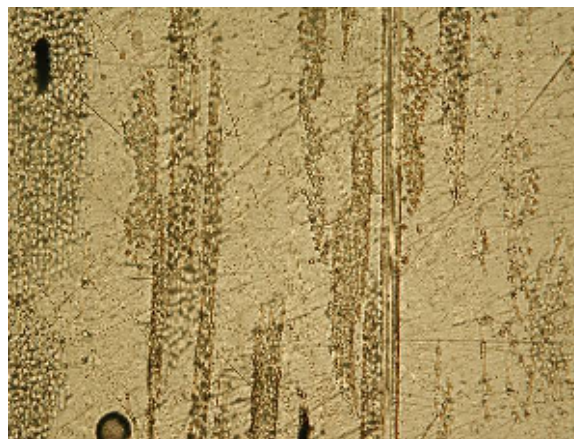
Slika 21. Mikrostruktura laminata,
snimak 13



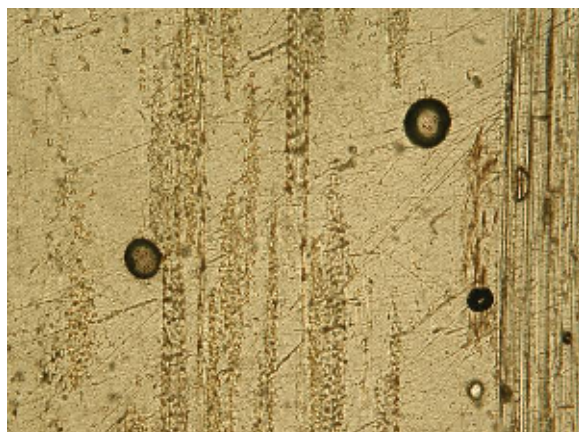
Slika 22. Mikrostruktura laminata,
snimak 14



Slika 23. Mikrostruktura laminata,
snimak 15



Slika 24. Mikrostruktura laminata,
snimak 16



Slika 25. Mikrostruktura laminata, snimak 17

Za određivanje sadržaja šupljina pogodan je kompjuterski program za analizu slike, Image J, pa se u tu svrhu dobivene snimke prevode se u 8-bitni format. Na svakoj se označavaju šupljine, a zatim se uz pomoć naredbe za analizu čestica na svakoj slici određuje udio šupljina. Nakon obrade svake pojedine snimke, dobiveni su rezultati prikazani u tablici 11.

Tablica 11. Udio šupljina u promatranom polimernom kompozitu

Broj snimke	Udio šupljina, %
1	0,000
2	0,000
3	2,716
4	0,423
5	0,488
6	0,883
7	3,201
8	1,955
9	18,553
10	20,465
11	1,553
12	4,517
13	1,260
14	0,000
15	0,485
16	0,763
17	1,494
\bar{x}	3,456

Udio šupljina ispitivanog kompozitnog materijala iznosi 3,456 %. Taj podatak, kao i podatke dobivene određivanjem vrijednosti mehaničkih svojstava materijala, potrebno je usporediti s podacima dobivenima ispitivanjem materijala nakon 28 dana izlaganja vodi, kako bi se ustanovio utjecaj medija na promatrani materijal, tj. na njegova svojstva. Ta usporedba biti će izložena nešto kasnije.

3. Određivanje udjela apsorbirane vode u polimerni kompozit

Prije stavljanja ispitnih tijela u vodu, potrebno ih je izvagati, tj. odrediti im početnu masu u odnosu na koju će se određivati udio apsorbirane vode. Prisutne su tri skupine epruveta: laminati za određivanje žilavosti, laminati za određivanje međuslojne čvrstoće i uzorci čiste smole. Sve njih se uranja u destiliranu vodu u kojoj će provesti 28 dana, a zatim stavlja u termostat na 80 ° C. Sve epruvete se ponovo važu 1,2,3,5,7,10,14,21 i 28 dana nakon uranjanja u vodu, a za svaki od tih dana se određuje udio apsorbirane vode za svaku epruvetu. Zatim se za svaki dan računa prosječni udio apsorbirane vode u svakoj od tri navedene skupine epruveta. Masa se određuje pomoću analitičke vage, točnosti 10^{-4} g. Mase epruveti izmjerene tijekom 28 dana prikazane su u tablicama 12, 13 i 14.

Tablica 12. Mase epruveta za određivanje žilavosti po danima, tijekom izloženosti djelovanju vode pri 80°C

Broj uzorka	Masa, g									
	m ₀	1.dan	2.dan	3.dan	5.dan	7.dan	10.dan	14.dan	21.dan	28.dan
1	5,2057	5,2326	5,2534	5,2564	5,2612	5,2755	5,2932	5,3163	5,3490	5,3780
2	5,3713	5,3962	5,4162	5,4182	5,4273	5,4333	5,4533	5,4765	5,5080	5,5383
3	5,1752	5,2021	5,2145	5,2205	5,2302	5,2370	5,2530	5,2752	5,3034	5,3323
4	4,7044	4,7567	4,7650	4,7691	4,7943	4,7953	4,8174	4,8430	4,8620	4,8862
5	5,3956	5,4362	5,4370	5,4393	5,4570	5,4680	5,4751	5,4941	5,5240	5,5552
6	5,4504	5,5070	5,4830	5,4924	5,5172	5,5211	5,5375	5,5521	5,5851	5,6140
7	5,5087	5,5592	5,5650	5,5506	5,5743	5,5762	5,5923	5,6060	5,6383	5,6702
8	5,2536	5,2951	5,3071	5,3051	5,3171	5,3212	5,3420	5,3555	5,3850	5,4164

Tablica 13. Mase epruveta za određivanje međuslojne čvrstoće po danima, tijekom izloženosti djelovanju vode pri 80°C

Broj uzorka	Masa, g									
	m ₀	1.dan	2.dan	3.dan	5.dan	7.dan	10.dan	14.dan	21.dan	28.dan
1	7,4746	7,5508	7,5429	7,5412	7,5652	7,5923	7,6021	7,6174	7,6583	7,6952
2	8,3095	8,3853	8,3710	8,3771	8,4080	8,4243	8,4260	8,4362	8,4782	8,5221
3	8,2763	8,3617	8,3600	8,3532	8,3953	8,4092	8,4073	8,4185	8,4596	8,4993
4	8,0960	8,1860	8,1663	8,1654	8,2082	8,2224	8,2272	8,2385	8,2821	8,3280
5	8,2763	8,3651	8,3602	8,3502	8,3982	8,4075	8,4143	8,4272	8,4641	8,5152
6	8,0942	8,1680	8,1661	8,1524	8,1940	8,2085	8,2252	8,2251	8,2673	8,3061
7	7,8521	7,9280	7,9137	7,9132	7,9355	7,9626	7,9700	7,9825	8,0144	8,0613
8	7,9621	8,0432	8,0402	8,0372	8,0781	8,0864	8,0922	8,1012	8,1341	8,1683

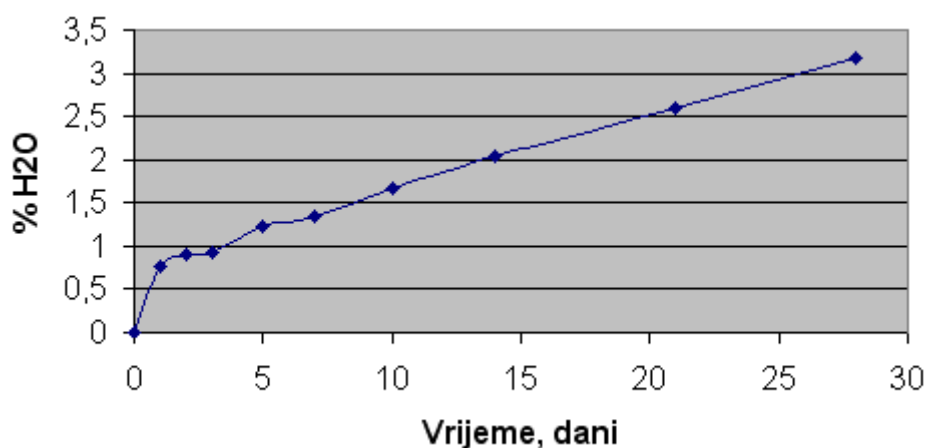
Tablica 14. Mase epruveta čiste smole po danima, tijekom izloženosti djelovanju vode pri 80°C

Broj uzorka	Masa, g									
	m ₀	1.dan	2.dan	3.dan	5.dan	7.dan	10.dan	14.dan	21.dan	28.dan
1	7,4001	7,4562	7,4678	7,4645	7,4984	7,5232	7,5271	7,5321	7,5625	7,5532
2	7,8255	7,8832	7,9023	7,8935	7,9250	7,9483	7,9522	7,9610	7,9866	7,9993
3	7,3697	7,4307	7,4544	7,4361	7,4715	7,4956	7,4971	7,5002	7,5342	7,5550
4	7,1950	7,2550	7,2711	7,2636	7,2936	7,3156	7,3170	7,3240	7,3515	7,3555
5	7,3697	7,4341	7,4570	7,4401	7,4743	7,4970	7,4922	7,5010	7,5345	7,5303

Na temelju izmjerenih masa izračunat je udio apsorbirane vode za svaku epruvetu tijekom navedenih dana, te je za svaki dan izračunat prosječni udio. Rezultati su prikazani u tablicama 15, 16 i 17, dok slike 26, 27 i 28 prikazuju apsorpcijske krivulje za pojedine skupine ispitnih tijela.

Tablica 15. Apsorpcija vode epruveta za određivanje žilavosti pri 80 ° C

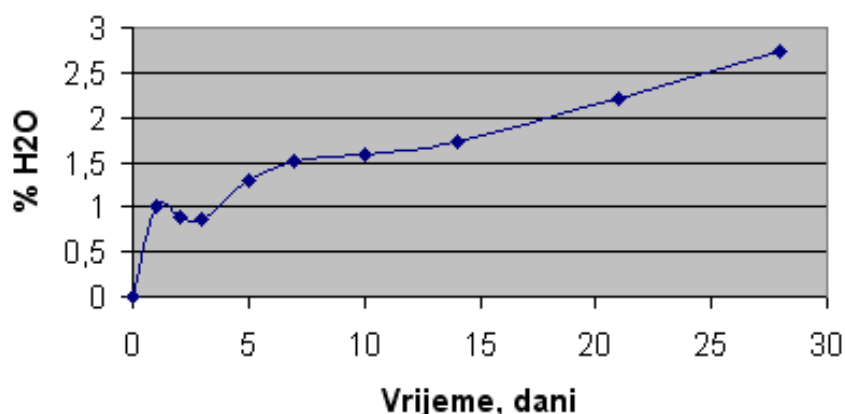
Broj uzorka	% H ₂ O								
	1.dan	2.dan	3.dan	5.dan	7.dan	10.dan	14.dan	21.dan	28.dan
1	0,517	0,916	0,974	1,066	1,341	1,681	2,125	2,753	3,310
2	0,464	0,836	0,873	1,043	1,154	1,527	1,959	2,545	3,109
3	0,520	0,759	0,875	1,063	1,194	1,503	1,932	2,477	3,036
4	1,112	1,288	1,375	1,911	1,932	2,402	2,946	3,350	3,864
5	0,752	0,767	0,810	1,138	1,342	1,473	1,826	2,380	2,958
6	1,038	0,598	0,771	1,226	1,297	1,598	1,866	2,471	3,002
7	0,917	1,022	0,761	1,191	1,225	1,518	1,766	2,353	2,932
8	0,790	1,018	0,980	1,209	1,287	1,683	1,940	2,501	3,099
\bar{x}	0,764	0,901	0,927	1,231	1,347	1,673	2,045	2,604	3,164



Slika 26. Apsorpcijska krivulja epruveta za određivanje žilavosti

Tablica 16. Apsorpcija vode epruveta za određivanje međuslojne čvrstoće pri 80 °C

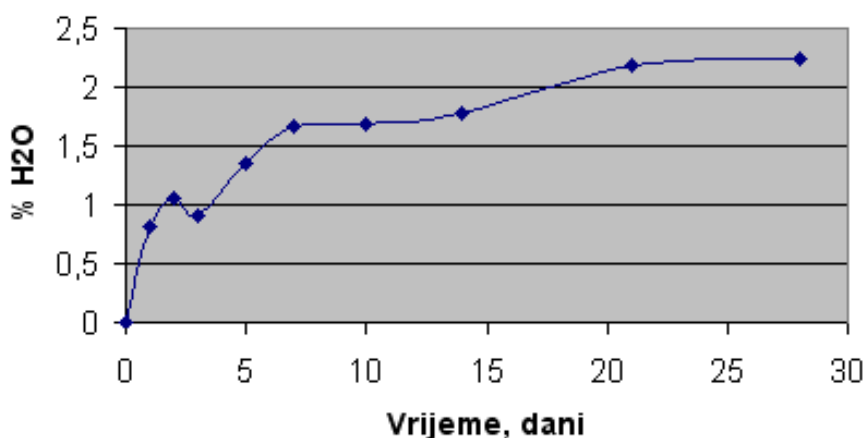
Broj uzorka	% H ₂ O								
	1.dan	2.dan	3.dan	5.dan	7.dan	10.dan	14.dan	21.dan	28.dan
1	1,019	0,914	0,891	1,212	1,575	1,706	1,910	2,458	2,951
2	0,912	0,740	0,814	1,185	1,382	1,402	1,525	2,030	2,559
3	1,032	1,011	0,929	1,438	1,606	1,583	1,718	2,215	2,694
4	1,112	0,868	0,857	1,386	1,561	1,621	1,760	2,299	2,866
5	1,073	1,014	0,893	1,473	1,585	1,667	1,823	2,269	2,887
6	0,912	0,888	0,719	1,233	1,412	1,618	1,617	2,139	2,618
7	0,967	0,785	0,778	1,062	1,407	1,502	1,661	2,067	2,664
8	1,019	0,981	0,943	1,457	1,561	1,648	1,747	2,160	2,590
\bar{x}	1,006	0,900	0,853	1,306	1,511	1,593	1,720	2,205	2,729



Slika 27. Apsorpcijska krivulja epruveta za određivanje međuslojne čvrstoće

Tablica 17. Apsorpcija vode pri 80⁰C za čistu smolu

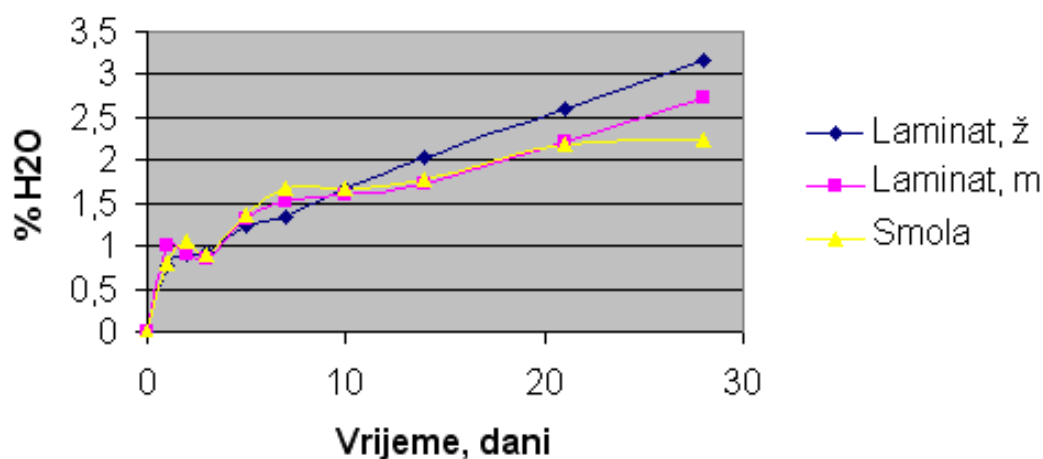
Broj uzorka	% H ₂ O								
	1.dan	2.dan	3.dan	5.dan	7.dan	10.dan	14.dan	21.dan	28.dan
1	0,758	0,915	0,870	1,328	1,663	1,716	1,784	2,195	2,069
2	0,737	0,981	0,869	1,271	1,569	1,619	1,732	2,059	2,221
3	0,828	1,149	0,901	1,381	1,708	1,729	1,771	2,232	2,514
4	0,834	1,058	0,953	1,370	1,676	1,696	1,793	2,175	2,231
5	0,874	1,185	0,955	1,419	1,727	1,662	1,782	2,236	2,179
\bar{x}	0,806	1,058	0,910	1,354	1,669	1,684	1,772	2,179	2,243



Slika 28. Apsorpcijska krivulja čiste smole

Ako se ovi rezultati promotre, moguće je uočiti da oni slijede karakterističan oblik uobičajene krivulje apsorpcije. Međutim, također je uočljivo da u pojedinim skupinama epruveti i u pojedinim danima blizu početka ispitivanja postotak apsorbirane vode bilježi pad, umjesto očekivanog rasta. To se može objasniti dužim trajanjem reakcija umreživanja duromerne smole, koje su najvjerojatnije do kraja završile nakon što je ispitivanje već počelo, pa zato materijal tada pokazuje mali pad mase zbog moguće ekstrakcije još neizreagiranih monomera i niskomolekulnih dodataka.

Usporedba apsorpcijskih krivulja triju različitih skupina epruveta prikazana je na slici 29.



Slika 29. Apsorpcijske krivulje svih epruveta

Moguće je uočiti da čista smola, u skladu s očekivanjem, pokazuje sporiji rast udjela apsorbirane vode u odnosu na polimerni kompozit. Iako epruvete namijenjene određivanju žilavosti pokazuju nešto veći rast tog udjela nego epruvete za međuslojnu čvrstoću, ove dvije skupine imaju ipak vrlo sličnu tendenciju rasta krivulje, a razlika je posljedica različitih dimenzija epruveta, jer zbog različite površine izložene djelovanju vode dolazi do pojave različite upojnosti.

U slijedećem poglavlju biti će izneseni rezultati određivanja mehaničkih svojstava polimernog kompozita i čiste smole nakon izloženosti utjecaju destilirane vode tijekom 28 dana, pri 80 °C, te pripadajući udio šupljina polimernog kompozita.

4. Određivanje mehaničkih svojstava kompozita nakon djelovanja medija

Mehanička svojstva kompozitnog materijala i čiste smole nakon djelovanja medija određivana su u istim uvjetima i uz pomoć istih uređaja kao i za materijale u početnom stanju. Stoga će u ovom poglavlju biti izneseni samo rezultati tih ispitivanja.

4.1 Određivanje žilavosti

Vrijednosti energije loma, udarne radnje loma i poprečnih presjeka epruveti prikazane su u tablici 18.

Tablica 18. Žilavost kompozitnog materijala nakon djelovanja medija

Redni broj epruvete	Dimenzija epruvete		Presjek epruvete, mm ²	Energija loma, J	Udarne radnje loma, J/mm ²
	Debljina, mm	Širina, mm			
1	5,1	10,6	54,06	3,23	0,060
2	5,4	10,2	55,08	3,40	0,062
3	5,2	10,2	53,04	3,15	0,059
4	4,4	10,0	44,00	2,95	0,067
5	5,3	10,5	55,65	3,35	0,060
6	5,2	10,4	54,08	3,37	0,062
7	5,3	10,4	55,12	3,55	0,064
8	5,2	10,4	54,08	3,53	0,065
\bar{x}					0,062

Prosječna vrijednost udarne radnje loma za promatrani kompozitni materijal nakon izlaganja djelovanju medija iznosi 0,062 J/mm².

4.2 Određivanje međuslojne čvrstoće

Razmak između oslonaca iznosi 26,6 mm. Dimenzije epruveta, maksimalne sile i vrijednosti međuslojne čvrstoće nakon izloženosti utjecaju destilirane vode prikazane su u tablici 19.

Tablica 19. Vrijednosti međuslojne čvrstoće kompozita nakon djelovanja medija

Redni broj epruvete	Dimenzija epruvete		Max. sila, N	Međuslojna čvrstoća, N/mm ²
	Debljina, mm	Širina, mm		
1	5,0	24,8	1600	9,68
2	5,7	24,8	2120	11,25
3	5,0	25,0	1740	10,44
4	5,3	24,6	1830	10,53
5	5,6	24,7	2210	11,98
6	5,5	24,3	1270	7,13
7	5,4	24,4	1880	10,70
8	5,0	25,0	1780	10,68
\bar{x}				10,30

Prosječna vrijednost međuslojne čvrstoće za promatrani kompozit nakon izlaganja djelovanju medija iznosi 10,30 N/mm².

4.3 Određivanje tvrdoće

Očitane dubine prodiranja u materijal nakon 10, 30 i 60 sekundi prikazane su u tablicama 20 (za čistu smolu) i 21 (za laminat).

Tablica 20. Dubine prodiranja kuglice u čistu smolu nakon 10, 30 i 60 sekundi, nakon djelovanja medija

Redni broj očitavanja	Dubina prodiranja, h , mm		
	10'	30'	60'
1	0,155	0,160	0,165
2	0,170	0,175	0,180
3	0,170	0,175	0,180
4	0,170	0,175	0,180
5	0,160	0,180	0,185
6	0,160	0,170	0,175
7	0,165	0,170	0,175
8	0,170	0,175	0,180
9	0,170	0,175	0,180
10	0,170	0,175	0,180

Tablica 21. Dubine prodiranja kuglice u laminat nakon 10, 30 i 60 sekundi, nakon djelovanja medija

Redni broj očitavanja	Dubina prodiranja, h , mm		
	10'	30'	60'
1	0,270	0,280	0,280
2	0,260	0,265	0,270
3	0,260	0,270	0,275
4	0,300	0,310	0,315
5	0,300	0,305	0,310
6	0,215	0,220	0,225
7	0,255	0,260	0,270
8	0,275	0,285	0,290
9	0,285	0,295	0,300
10	0,280	0,285	0,290

U ovisnosti o dubini prodiranja, tvrdoća materijala pri trajanju opterećenja 10, 30 i 60 sekundi silom od 358 N očitava se direktno iz tablice za određivanje tvrdoće. Vrijednosti tako očitanih tvrdoća nakon odgovarajućih trajanja opterećenja prikazane su u tablicama 22 (čista smola) i 23 (laminat).

Tablica 22. Tvrdoća čiste smole nakon trajanja opterećenja od 10, 30 i 60 sekundi silom od 358 N, nakon djelovanja medija

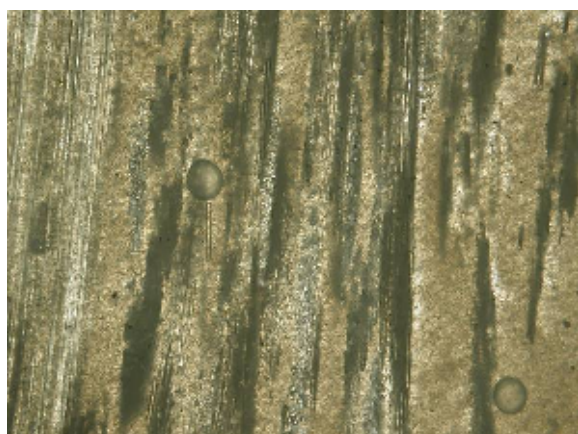
Redni broj očitavanja	Tvrdoća, H , N/mm ²		
	10'	30'	60'
1	169,7	163,6	158,0
2	152,7	147,8	143,2
3	152,7	147,8	143,2
4	152,7	147,8	143,2
5	163,6	143,2	138,8
6	163,6	152,7	147,8
7	158,0	152,7	147,8
8	152,7	147,8	143,2
9	152,7	147,8	143,2
10	152,7	147,8	143,2
\bar{x}	157,11	149,90	145,16

Tablica 23. Tvrdoća laminata nakon trajanja opterećenja od 10, 30 i 60 sekundi silom od 358 N, nakon djelovanja medija

Redni broj očitavanja	Tvrdoća, H , N/mm ²		
	10'	30'	60'
1	91,6	88,1	88,1
2	95,4	93,5	91,6
3	95,4	91,6	89,8
4	81,8	79,0	77,6
5	81,8	80,3	79,0
6	117,4	114,5	111,7
7	97,4	95,4	91,6
8	89,8	86,4	84,8
9	86,4	83,3	81,8
10	88,1	86,4	84,8
\bar{x}	92,51	89,85	88,08

4.4 Određivanje sadržaja šupljina u kompozitnom materijalu

U svrhu određivanja sadržaja šupljina u polimernom kompozitu nakon izlaganja djelovanju vode napravljene su snimke mikrostrukture pomoću optičkog mikroskopa s polarizatorom marke Olympus BX51-P, uz povećanje od 100 puta:



Slika 30. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 1



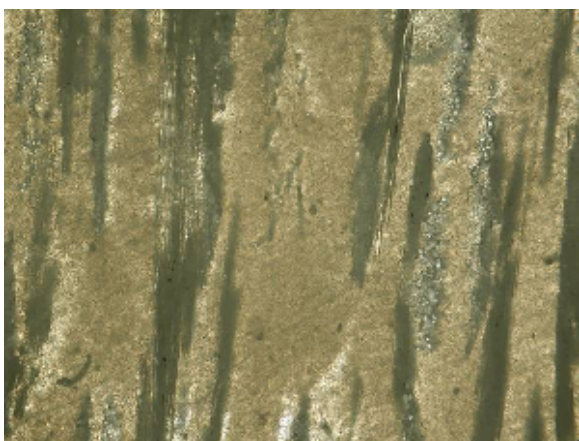
Slika 31. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 2



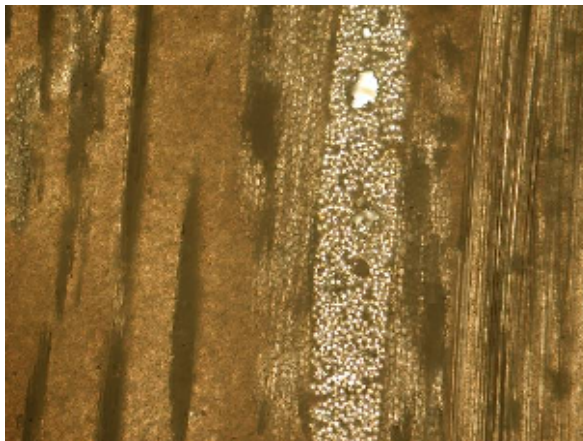
Slika 32. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 3



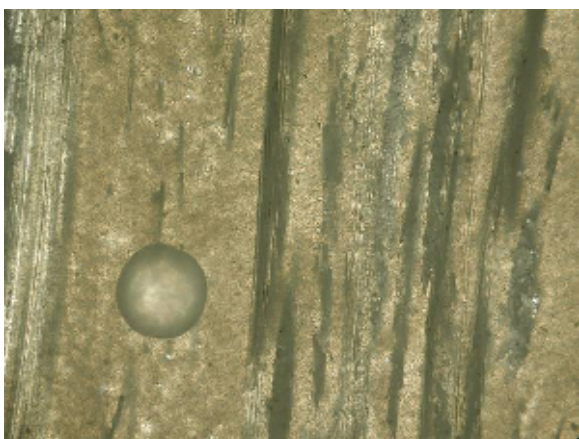
Slika 33. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 4



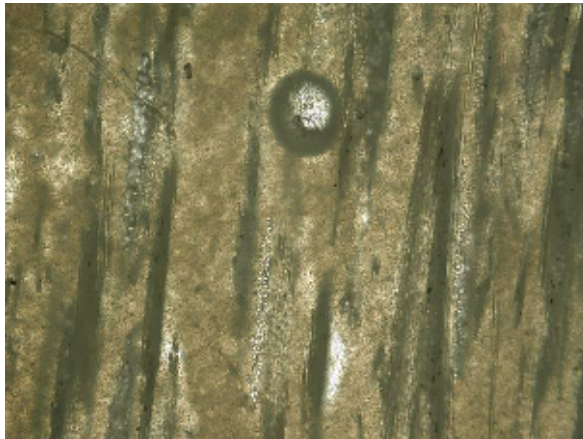
Slika 34. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 5



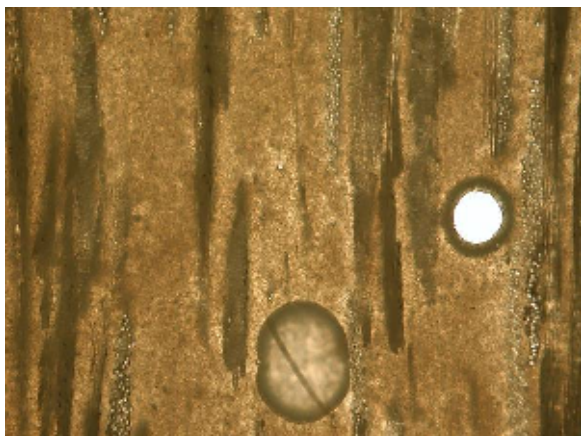
Slika 35. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 6



Slika 36. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 7



Slika 37. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 8



Slika 38. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 9



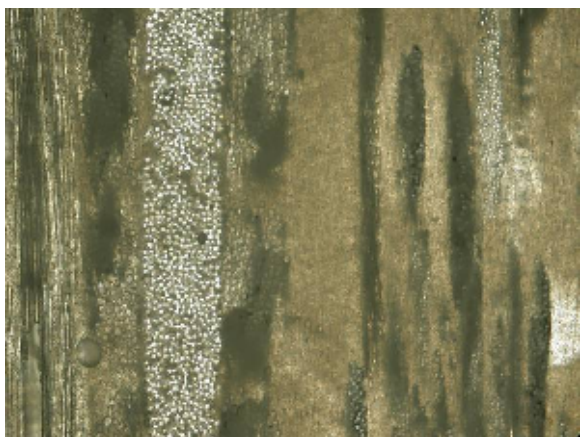
Slika 39. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 10



Slika 40. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 11



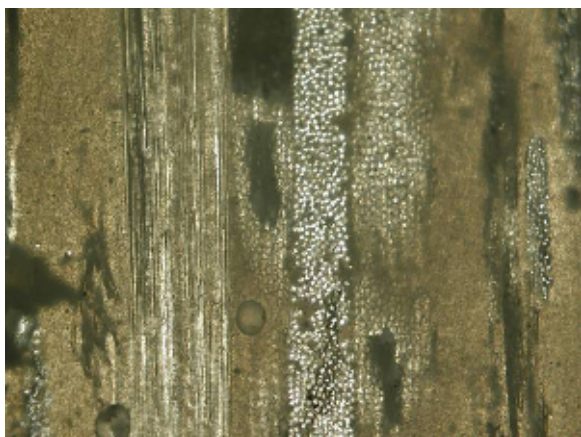
Slika 41. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 12



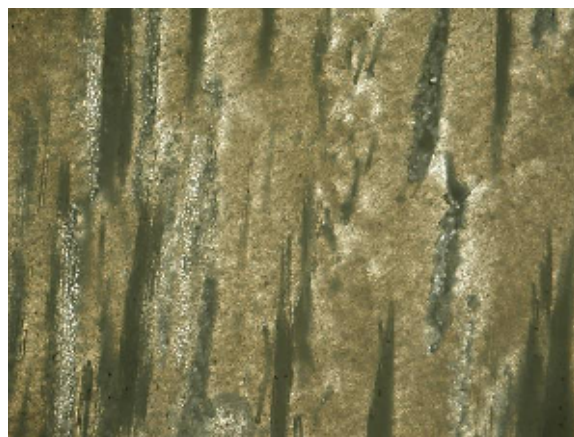
Slika 42. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 13



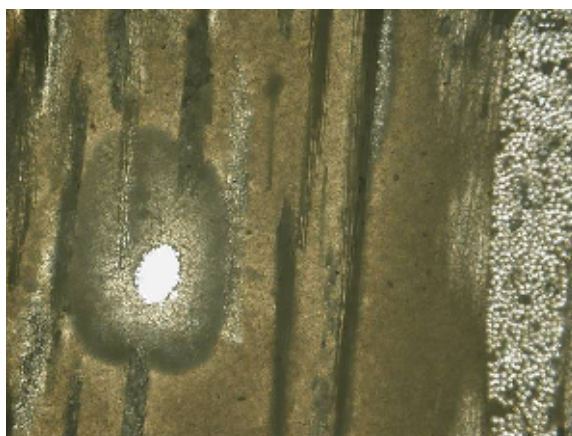
Slika 43. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 14



Slika 44. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 15



Slika 45. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 16



Slika 46. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 17

Analizom slike pomoću kompjuterskog programa ImageJ dobiveni su udjeli šupljina prikazani u tablici 24.

Tablica 24. Udio šupljina u promatranom polimernom kompozitu nakon djelovanja vode

Broj snimke	Udio šupljina, %
1	0,728
2	24,112
3	8,449
4	15,426
5	0,000
6	0,382
7	2,668
8	2,141
9	5,812
10	26,040
11	14,107
12	8,822
13	0,299
14	4,118
15	0,813
16	0,000
17	0,780
\bar{x}	6,747

Udio šupljina ovog kompozitnog materijala nakon izlaganju djelovanju destilirane vode tijekom 28 dana, pri 80 ° C iznosi 6,747 %. Glavni cilj ovog rada jest ustanoviti djelovanje medija na promatrani kompozitni materijal, a također i čistu duromernu smolu. Kako bi se to djelovanje najbolje opisalo, biti će u idućem poglavlju uspoređene vrijednosti mehaničkih svojstava kompozita prije i nakon izlaganja mediju, te vrijednosti tvrdoće čiste smole prije i nakon izlaganja. Također će biti uspoređeni i udjeli šupljina u kompozitnom materijalu.

5. Usporedba mehaničkih svojstava kompozita i smole prije i nakon izlaganja djelovanju vode

U tablici 25 uspoređene su vrijednosti žilavosti ispitivanog kompozita prije i nakon izlaganja djelovanju vode.

Tablica 25. Usporedba vrijednosti udarne radnje loma polimernog kompozita prije i nakon izlaganja djelovanju vode

Udarne radnje loma, J/mm ²			
Prije izlaganja vodi		Nakon izlaganja vodi	
\bar{x}	0,079	\bar{x}	0,062

Vrijednosti udarne radnje loma epruveti nakon izlaganja vodi manje su u odnosu na vrijednosti prije izlaganja. Takav utjecaj vode u skladu je s očekivanjem. Općenito se može zaključiti da djelovanje vode kao medija, a pogotovo u prisutnosti povišene temperature, ima negativan utjecaj na svojstvo žilavosti vlaknima ojačanog polimernog kompozita. Nadalje je potrebno promotriti i utjecaj vode na međuslojnu čvrstoću kompozita. Vrijednosti tog svojstva prije i nakon izlaganja vodi prikazane su u tablici 26.

Tablica 26. Usporedba vrijednosti svojstva međuslojne čvrstoće polimernog kompozita prije i nakon izlaganja djelovanju vode

Međuslojna čvrstoća, N/mm ²			
Prije izlaganja vodi		Nakon izlaganja vodi	
\bar{x}	19,50	\bar{x}	10,30

Uočljivo je da epruvete koje su bile izložene djelovanju vode imaju niže vrijednosti svojstva međuslojne čvrstoće u odnosu na neizložene epruvete. Razlog tome je ulazak vode i u međukapilarne prostore, a ne samo u šupljine, što uzrokuje pad tog svojstva. Sam taj ulazak vode u međukapilarne prostore omogućen je slabom vezom matrice i vlakana koja je ovdje prisutna. Kada bi ta veza bila jača, mogao bi se očekivati manji pad vrijednosti međuslojne čvrstoće. No, u svakom pogledu, izloženost djelovanju vode ima negativan utjecaj na svojstvo međuslojne čvrstoće kompozita.

Usporedbe vrijednosti tvrdoće prije i nakon izlaganja djelovanju vode prikazane su tablicama 27 (za čistu smolu) i 28 (za laminat).

Tablica 27. Usporedba vrijednosti svojstva tvrdoće prije i nakon izlaganja djelovanju vode za čistu smolu

Trajanje opterećenja	H , N/mm ² prije izlaganja vodi	H , N/mm ² nakon izlaganja vodi
10'	152,46	157,11
30'	144,7	149,90
60'	138,69	145,16

Tablica 28. Usporedba vrijednosti svojstva tvrdoće prije i nakon izlaganja djelovanju vode za polimerni kompozit

Trajanje opterećenja	H , N/mm ² prije izlaganja vodi	H , N/mm ² nakon izlaganja vodi
10'	143,41	92,51
30'	138,95	89,85
60'	137,23	88,08

Vrijednosti tvrdoće polimernog kompozita nakon izlaganja djelovanju vode znatno su manje u odnosu na vrijednosti prije izlaganja. Voda očigledno negativno utječe na tvrdoću kompozita. S druge strane, čista smola bilježi blagi porast tvrdoće nakon djelovanja medija. To se objašnjava dodatnim otvrdnjavanjem smole uslijed djelovanja povišene temperature i dodatnim napuštanjem naprezanja nastalih uslijed umreživanja.

Na kraju je potrebno još i usporediti udjele šupljina u kompozitu prije i nakon izlaganja vodi. Prije izlaganja udio šupljina iznosi 3,456 %. Što je veći sadržaj šupljina, to je veća i apsorpcija vode, te je međuslojna čvrstoća, svojstvo kompozita na koje udio šupljina ima najveći utjecaj, manja. Također, veći početni udio šupljina razlog je daljnjem povećanju njihovog broja pod utjecajem medija, tako da nakon izloženosti djelovanju vode udio šupljina iznosi 6,747 %. To dovodi do daljnjeg smanjenja međuslojne čvrstoće, pa bi se moglo zaključiti da bi manji početni udio šupljina u kompozitu rezultirao manje izraženim padom međuslojne čvrstoće nego što se to dogodilo u slučaju ovog ispitivanja.

6. Zaključak

Voda je najčešći medij s kojim polimerni kompoziti dolaze u kontakt. Ona ulazi u šupljine i mikropukotine u kompozitu, a također dolazi i do njene apsorpcije uz međupovršine matrice i vlakna. Sve to utječe na mehanička svojstva kompozita. Kritično mjesto za pojavu mikropukotina i šupljina tijekom izrade kompozita je međusloj matrice i vlakna, a koncentracije naprezanja na tim područjima posebno dolaze do izražaja pri djelovanju medija. Sam kompozitni materijal poliesterska smola/staklena vlakna posjeduje dobru kemijsku postojanost. No izloženost povišenoj temperaturi ubrzava promjene mehaničkih svojstava uslijed djelovanja vode.

Izloženost djelovanju vode dovodi do pada vrijednosti međuslojne čvrstoće. Što je jača veza matrice i vlakna, to je pad vrijednosti tog svojstva manje izražen. Budući da kvaliteta međusloja igra vrlo bitnu ulogu u postizanju dobrih mehaničkih svojstava kompozita, potrebno je poboljšati adheziju putem postupaka modifikacije površine vlakana. Voda također negativno utječe i na svojstva žilavosti i tvrdoće kompozita, dok tvrdoća čiste smole u okviru ovog ispitivanja uslijed povišene temperature bilježi čak i lagani porast. Što je veći sadržaj šupljina, to je veća i apsorpcija vode u kompozit. Izloženost vodi uzrokuje dodatno povećanje udjela šupljina u kompozitu, što uzrokuje pad vrijednosti mehaničkih svojstava.

U svrhu postizanja što boljih mehaničkih svojstava kompozita općenito, pa tako i pod utjecajem djelovanja vode, potrebno je obratiti pažnju na što bolju pripravu kompozita radi postizanja što homogenije strukture.

Popis slika

- Slika 1. Shematski prikaz međusloja u vlaknima ojačanom polimernom kompozitu [1],
- Slika 2. Mikroskopski prikaz međusloja u polimernom kompozitu (polipropilenska matrica i stakleno vlakno) [8],
- Slika 3. Shematski prikaz kontaktnog kuta i komponenti površinske napetosti [1]
- Slika 4. Promjene ispitivanih mehaničkih svojstava za kompozite 1 i 2 [4],
- Slika 5. Apsorpcija vode kompozita s različitim sadržajem šupljina [7],
- Slika 6. Charpy-ev bat [5],
- Slika 7. Univerzalna kidalica [5],
- Slika 8. Tvrdomer s kuglicom za plastomere i duromere [5],
- Slika 9. Mikrostruktura laminata, snimak 1,
- Slika 10. Mikrostruktura laminata, snimak 2,
- Slika 11. Mikrostruktura laminata, snimak 3,
- Slika 12. Mikrostruktura laminata, snimak 4,
- Slika 13. Mikrostruktura laminata, snimak 5,
- Slika 14. Mikrostruktura laminata, snimak 6,
- Slika 15. Mikrostruktura laminata, snimak 7,
- Slika 16. Mikrostruktura laminata, snimak 8,
- Slika 17. Mikrostruktura laminata, snimak 9,
- Slika 18. Mikrostruktura laminata, snimak 10,
- Slika 19. Mikrostruktura laminata, snimak 11,
- Slika 20. Mikrostruktura laminata, snimak 12,
- Slika 21. Mikrostruktura laminata, snimak 13,
- Slika 22. Mikrostruktura laminata, snimak 14,
- Slika 23. Mikrostruktura laminata, snimak 15,
- Slika 24. Mikrostruktura laminata, snimak 16,
- Slika 25. Mikrostruktura laminata, snimak 17,
- Slika 26. Apsorpcijska krivulja epruveta za određivanje žilavosti,
- Slika 27. Apsorpcijska krivulja epruveta za određivanje međuslojne čvrstoće,
- Slika 28. Apsorpcijska krivulja čiste smole,
- Slika 29. Apsorpcijske krivulje svih epruveta,
- Slika 30. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 1,
- Slika 31. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 2,
- Slika 32. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 3,
- Slika 33. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 4,
- Slika 34. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 5,
- Slika 35. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 6,
- Slika 36. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 7,
- Slika 37. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 8,
- Slika 38. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 9,
- Slika 39. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 10,
- Slika 40. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 11,
- Slika 41. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 12,
- Slika 42. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 13,
- Slika 43. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 14,
- Slika 44. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 15,
- Slika 45. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 16,
- Slika 46. Mikrostruktura laminata nakon djelovanja vode, snimak 17.

Popis tablica

Tablica 1. Udio šupljina (%) za kompozit 1 i 2 [4],

Tablica 2. Savojna čvrstoća R_{ms} , modul elastičnosti E_s i međuslojna čvrstoća τ ispitivanih kompozita [4],

Tablica 3. Mehanička svojstva smole u otvrdnutom stanju,

Tablica 4. Žilavost kompozitnog materijala,

Tablica 5. Vrijednosti međuslojne čvrstoće kompozita,

Tablica 6. Dubine prodiranja kuglice u čistu smolu nakon 10, 30 i 60 sekundi,

Tablica 7. Dubine prodiranja kuglice u laminat nakon 10, 30 i 60 sekundi,

Tablica 8. Tvrdća čiste smole nakon trajanja opterećenja od 10, 30 i 60 sekundi silom od 358 N,

Tablica 9. Tvrdća laminata nakon trajanja opterećenja od 10, 30 i 60 sekundi silom od 358 N,

Tablica 10. Preporučeno brušenje za ispitno tijelo od nezasićene poliesterske smole [6],

Tablica 11. Udio šupljina u promatranom polimernom kompozitu,

Tablica 12. Mase epruveta za određivanje žilavosti po danima, tijekom izloženosti djelovanju vode pri 80 ° C,

Tablica 13. Mase epruveta za određivanje međuslojne čvrstoće po danima, tijekom izloženosti djelovanju vode pri 80 ° C,

Tablica 14. Mase epruveta čiste smole po danima, tijekom izloženosti djelovanju vode pri 80 ° C,

Tablica 15. Apsorpcija vode epruveta za određivanje žilavosti pri 80 ° C,

Tablica 16. Apsorpcija vode epruveta za određivanje međuslojne čvrstoće pri 80 ° C,

Tablica 17. Apsorpcija vode pri 80 ° C za čistu smolu,

Tablica 18. Žilavost kompozitnog materijala nakon djelovanja medija,

Tablica 19. Vrijednosti međuslojne čvrstoće kompozita nakon djelovanja medija,

Tablica 20. Dubine prodiranja kuglice u čistu smolu nakon 10, 30 i 60 sekundi, nakon djelovanja medija,

Tablica 21. Dubine prodiranja kuglice u laminat nakon 10, 30 i 60 sekundi, nakon djelovanja medija,

Tablica 22. Tvrdća čiste smole nakon trajanja opterećenja od 10, 30 i 60 sekundi silom od 358 N, nakon djelovanja medija,

Tablica 23. Tvrdća laminata nakon trajanja opterećenja od 10, 30 i 60 sekundi silom od 358 N, nakon djelovanja medija,

Tablica 24. Udio šupljina u promatranom polimernom kompozitu nakon djelovanja vode,

Tablica 25. Usporedba vrijednosti udarne radnje loma polimernog kompozita prije i nakon izlaganja djelovanju vode,

Tablica 26. Usporedba vrijednosti svojstva međuslojne čvrstoće polimernog kompozita prije i nakon izlaganja djelovanju vode,

Tablica 27. Usporedba vrijednosti svojstva tvrdoće prije i nakon izlaganja djelovanju vode za čistu smolu,

Tablica 28. Usporedba vrijednosti svojstva tvrdoće prije i nakon izlaganja djelovanju vode za polimerni kompozit.

Literatura

- [1] ASM Handbook, Volume 21, Composites; ASM International, The Materials Information Society, Material Park, Ohio, 2002.
- [2] Lončar A., Vojvodić D., Komar D., Vlaknima ojačani polimeri, Prvi dio: osnove i problematika izgradnje, Acta Stomatologica Croatica. 2006; 40: 72-82,
- [3] Indof J., Španiček Đ., Kompozitni materijali - pregled, svojstva i primjena, www.mat-net.hr,
- [4] Španiček Đ., Smolčić Žerdik Z., Husić Š., Odnos apsorpcije vode, udjela šupljina i međuslojne čvrstoće polimernih kompozita; Polimeri, 1998, br. 19, str. 190-193,
- [5] www.fsb.hr/zavod_za_materijale,
- [6] www.struers.com,
- [7] Reifsnider K. L., Modelling of the interphase in polymer-matrix composite material systems, Composites, 25 (1994)7, 461-469,
- [8] Gao Shang-Li, Maeder E., Characterization of interphase nanoscale property variations in glass fibre reinforced polypropylene and epoxy resin composites, Composites: Part A33(2002), 559-576).